UNIVERSITÉ DE CAEN

THÈSE

Présentée

DEVANT LA FACULTÉ DES SCIENCES

DE L'UNIVERSITÉ DE CAEN

Pour obtenir le grade de Docteur de 3e cycle

Physique Supérieure Option Physique du Solide

par

BERNARD LANIEPCE

Assistant à la Faculté des Sciences

Étude de la variation de résistance électrique de certaines couches métalliques minces, sous l'effet d'une déformation

SOUTENUE LE 17 JUIN 1963

JURY MM. THUREAU, Professeur Président
BOK, Maître de Conférences
MERCOUROFF, Maître de Conférences
Examinateurs

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41542709_0005

UNIVERSITE DE CAEN

FACULTE DES SCIENCES

ANNEE SCOLAIRE 1962-1963.

PERSONNEL ENSEIGNANT DE LA FACULTE DES SCIENCES

MM.	LOZAC'H	Doyen, Professeur (Chimie)
	DANGEARD	Professeur (Géologie)
	SCHERER	Professeur (Physique Générale)
	APERY	Professeur (Mathématiques pures)
	JACQUET	Professeur((Microbiologie)
	BOCQUET	Assesseur, Professeur (Zoologie)
	COLOMBANI	Professeur (Physique)
Mme	WALTER-LEVY	Professeur (Chimie)
MM.	PITOT	Professeur (Botanique)
	CAMPBELL	Professeur (Mécanique rationnelle)
	BACHELET	Professeur (Chimie)
	VIALLE	Professeur (Chimie)
	COJAN	Professeur (Physique)
	PALLU de la BARRIERE	Professeur (Mathématiques)
	PHAM	Professeur (Mathématiques)
	GIACOMO	Professeur (Physique)
	REY	Professeur (Zoologie)
	MONIER	Peofesseur (Minéralogie)
	CONIA	Professeur (Chimie)
	PAREYN	Professeur (Géologie)
Mme	GAYRAL	Professeur (Botanique)
MM.	ROMANET	Professeur (Chimie)
	BINET	Professeur (Botanique)
	THUREAU	Professeur (Physique)
	BOURION	Professeur (Mathématiques)
	BACKES	Professeur (Chimie)
	TAMARI	Professeur associé (Mathématiques)
	DOGUET	Professeur sans chaire (Biologie végétale)
	CABANNES	Professeur sans chaire (Physique)
	RYBAK	Professeur sans chaire (Physiologie animale)
	MABBOUX-STROMBERG	Professeur sans chaire (Physique)
	NATAF	Professeur sans chaire (Mathématiques)
Mlle	COUILLAUD	Professeur sans chaire (Physique)
MM.	GEFFROY	Professeur sans chaire (Mathématiques)
	BARRAT	Maître de Conférences (Physique)
	BERNARD	Professeur sans chaire (Chimie)
	LEGROS	Maître de Conférences (Physique)
	GAULT	Maître de Conférences (Chimie)
	SALMON	Maître de Conférences (Physique)
Mlle	DEMEUSY	Maître de Conférences (Biologie)
MM.	MOLLIER	Maître de Conférences (Chimie)
	PINAZZI	Maître de Conférences (Chimie)
	GRAF	Maître de Conférences (Physique)
	KAUFFMANN	Maître de Conférences (Microbiologie)
Mme	CONNES	Maître de Conférences (Physique)

MM.	BOK	Maître de Conférences (Physique Appliquée)
	DESCHANVRES	Maître de Conférences (Chimie)
	BOULLARD	Maître de Conférences (Biologie Végétale)
Mme	BLANCHETON	Maître de Conférences (Mathématiques)
MM.	THUILLIER	Maître de Conférences (Chimie)
	CHANTREL	Professeur sans chaire (Physique)
	MERCOUROFF	Maître de Conférences (Physique)
	VALENTIN	Maître de Conférences((Physique)
	SIGNORET	Maître de Conférences (Zoologie)
	CACHON	Maître de Conférences (Zoologie)
	PASTOUR	Maître de Conférences (Chimie)
Mme	GHINEA	Chargée d'Enseignement (Mathématiques)

M, CAUCAL — Conseiller Administratif, chef des services administratifs des Facultés de Droit et des Sciences.

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

T H E S E

présentée devant

la FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE CAEN

pour obtenir le grade de Docteur de 3e Cycle

Physique Supérieure - Option Physique du Solide.

par

Bernard LANIEPCE

Assistant à la Faculté des Sciences

Etude de la variation de résistance de certaines couches métalliques minces, sous l'effet d'une déformation.

soutenue le 17 Juin 1963.

MM.	P. THUREAU, Professeur	Président
	J. BOK, Maître de Conférences	Examinateur
	W. MERCOUROFF, Maître de Conférences	Examinateur.

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Ce travail a été commencé sous la direction de Monsieur le Professeur COLOMBANI, et continué au laboratoire de Physique du Solide de Caen, avec l'aide et les conseils de Messieurs les Professeurs THUREAU, BOK et MERCOUROFF. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma reconnaissance.

Sommaire

INTRODUCTION

CHAPITRE I

I.1. PRODUCTION ET MESURE DE L'ALLONGEMENT

I.1.1. ALLONGEMENT LONGITUDINAL

I.1.2. ALLONGEMENT TRANSVERSAL

I.2. REALISATION DES COUCHES

I.2.1. SUPPORT

I.2.2. TECHNIQUE D'EVAPORATION

A - Le Bismuth
B - Le Nickel
C - Le Tellure
D - L'Antimoine.

I.2.3. CACHES

I.2.4. REALISATION DES CONTACTS

I.3. METHODES DE MESURE

I.3.1. MONTAGE DE LA LAME - MESURE DE LA FLECHE IMPOSEE

I.3.2. MESURES DES VARIATIONS RELATIVES DE RESISTANCE - METHODE ALTERNATIVE

I.3.3. METHODE DE MESURE EN CONTINU

I.3.4. MESURE DE LA VARIATION RELATIVE DE RESISTANCE, POUR DES DEPOTS TRES RESISTANTS.

I.3.5. MESURES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE - APPAREILLAGE

I.3.6. PRECISION DES RESULTATS.

CHAPITRE II

II.1. LE BISMUTH

II.1.1. RAPPEL DE RESULTATS ANTERIEURS

II.1.2. EFFET TRANSVERSAL AVANT RECUIT

II.1.3. RESULTATS AVEC LE BISMUTH RECUIT

II.1.4. ORIENTATION DES DEPOTS

II.2. LE NICKEL

II.2.1. METHODE D'EVAPORATION LENTE - RESULTATS EXTENSOMETRIQUES ET CRISTALLOGRAPHIQUES

II.2.2. METHODE D'EVAPORATION RAPIDE - RESULTATS EXTENSOMETRIQUES ET CRISTALLOGRAPHIQUES

II.3. L'ANTIMOINE

II.4. LE TELLURE

II.5. RESULTATS EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

II.6. CONCLUSION

CHAPITRE III

III.1. LA CONDUCTIVITE DES COUCHES METALLIQUES MINCES

III.2. VARIATION DES COEFFICIENTS EXTENSOMETRIQUES AVEC L'EPAISSEUR

III.3. CONCLUSION

INTRODUCTION

Le phénomène de variation de résistance électrique sous l'effet d'une contrainte est connu et utilisé depuis longtemps, les jauges à fil résistant en étant l'application la plus répandue. Le même effet appliqué à une couche métallique mince, évaporée sous vide, sur un support déformable, fait l'objet depuis quelques années d'études expérimentales, (1) à (12) et ses applications semblent du point de vue industriel, d'un intérêt certain (12),(13) étant donné les avantages de ces couches : elles sont étroitement liées au support, la dissipation thermique du courant de mesure est accélérée, elles ont une inertie faible, une masse négligeable. De plus, comme on le verra, elles présentent dans certains cas une sensibilité accrue par suite des valeurs très élevées des coefficients d'extensométrie par rapport à ceux des fils. L'interprétation des résultats n'est pas encore très nette en raison de la complexité du phénomène (nature du support, de la couche, etc ...). C'est d'ailleurs en général le cas pour tout cequi touche à la physique des couches minces, les résultats théoriques de la physique du solide étant très délicats à appliquer aux couches minces. On ne peut rattacher cette variation de résistance électrique sous l'effet d'une contrainte à la piézorésistance dans les solides, la contrainte étant appliquée dans une seule direction et l'élément considéré n'ayant que deux dimensions, la longueur et la largeur, la troisième étant très faible. On verra d'ailleurs que les résultats en fonction de la température sont différents de ceux obtenus avec les coefficients de piézorésistance des solides massifs, en fonction de ce même paramètre.

Nous avons entrepris l'étude de ce phénomène d'une façon systèmatique avec un semi-métal : le bismuth, un métal : le nickel et un semi-conducteur : le tellure. L'influence du support, de la méthode d'évaporation (nickel), du recuit des couches (bismuth et nickel), de l'orientation cristallographique a été étudiée. Nous donnerons aussi les résultats obtenus sur des couches d'antimoine sur du mica. Une etude a également été effectuée sur le bismuth à différentes température.

C'est le résumé des méthodes employées pour obtenir la contrainte, pour fabriquer les couches métalliques et pour les mesurer ainsi que les résultats obtenus que l'on trouvera dans les pages suivantes.

CHAPITRE I.

I.1. PRODUCTION ET MESURE DE L'ALLONGEMENT

Plusieurs moyens s'offraient pour impliquer une contrainte au dépôt métallique. Nous avons choisi la flexion plane non circulaire de la lame, support de ce dépôt. Celle-ci est encastrée à l'une de ses extrémités, l'extrémité libre est déplacée par la pointe mobile d'un palmer au 1/100e de millimètre. Les allongements relatifs des dépôts sont déduits, par calcul, de la mesure de la flèche imposée à l'extrémité libre.

I.1.1. ALLONGEMENT LONGITUDINAL

Le calcul a déjà été effectué (6). Je me contenterai d'en rappeler les résultats. Dans la flexion, la fibre neutre du support garde sa longueur, celle des fibres superficielles variant, ce aui se traduit par un allongement pour la face convexe (figure 1), une contraction pour la face concave.

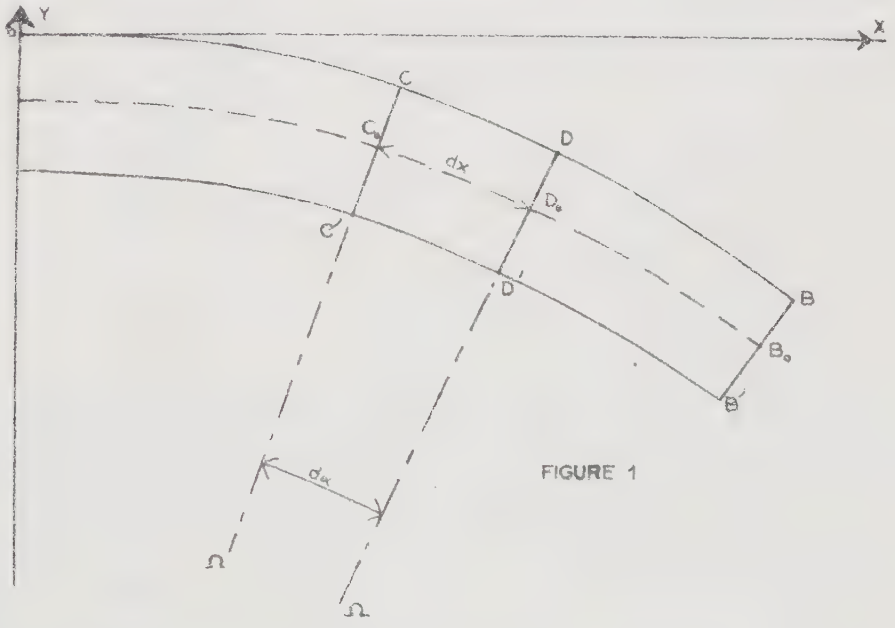


FIGURE 1

La courbure de la fibre neutre en C_o est $\frac{d\alpha}{dx}$.

Le calcul donne l'allongement relatif de la fibre superficielle dans la flexion. On obtient :

$$\frac{\Delta l}{l_o} = \frac{3}{4}\,\frac{eh}{l_o^2}$$ (figure 2)

h : flèche appliquée

e : épaisseur de la lame support

l_o : longueur fléchie.

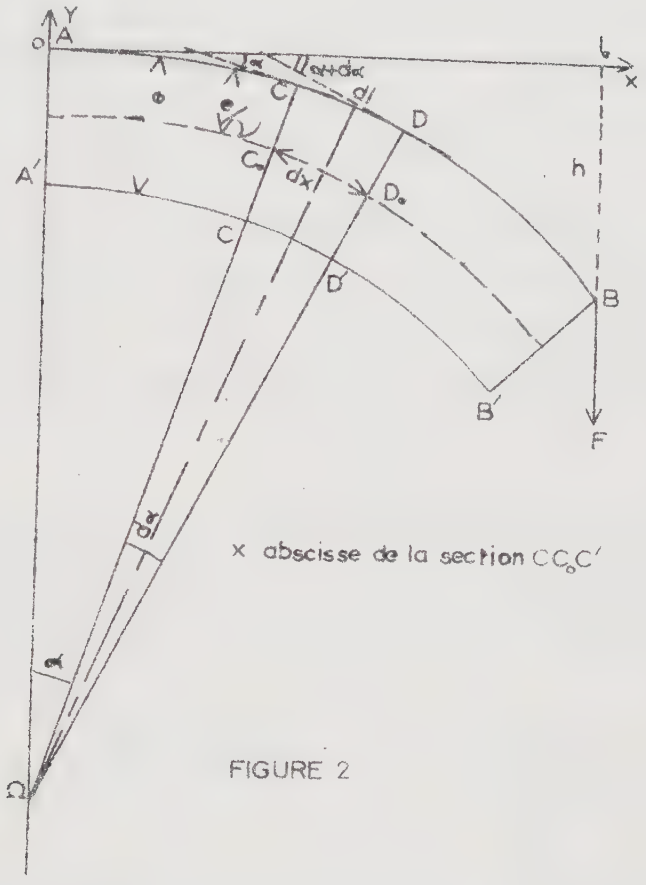


FIGURE 2

Si la surface porte un conducteur électrique solidaire du support, sous l'effet de la contrainte produisant la flexion, nous aurons une variation de résistance du conducteur telle que :

$$\frac{\Delta R}{R} = k\,\frac{\Delta l}{l}$$

La vérification de la proportionnalité de $\frac{\Delta R}{R}$ à e, h et $\frac{1}{l_o^2}$ a été faite (5), (6).

Une autre méthode de déformation, par traction (12), dans laquelle, la variation relative de longueur était mesurée par un extensomètre, a donné des résultats analogues à ceux obtenus ici.

I.1.2. ALLONGEMENT TRANSVERSAL

On peut aussi définir un coefficient transversal k', pour une direction perpendiculaire à la déformation.

Les fils extensométriques présentent en général un facteur de sensibilité transversale faible. On l'annule pratiquement en éliminant les boucles de liaison perpendiculaires à la déformation, par diverses méthodes.
MM. THUREAU et LEMIERE, mesurant le coefficient transversal des couches minces, ont obtenu des coefficients importants, supérieurs aux facteurs longitudinaux observés avec les mêmes couches (7) (12)

Nous avons repris l'étude systématique de cet effet transversal par les mêmes méthodes que celles employées pour le longitudinal. Nous considérons toujours la flexion comme étant plane non circulaire.

La courbure de la fibre neutre en C_o (figure 1) est $\frac{d\alpha}{dx}$, soit :

$$R = \frac{dx}{d\alpha}$$ R : rayon de courbure en C_o.

De même que dans le calcul de l'allongement longitudinal (6), désignons par y le déplacement C'_oC_o du point C_o de la fibre neutre et par α l'angle dont celle-di a tourné en ce point. Les déplacements étant faibles et les courbures grandes, on a :

$$\alpha = \frac{dy}{dx} \qquad \frac{d\alpha}{dx} = \frac{d^2y}{dx^2} \qquad R = \frac{1}{\frac{d^2y}{dx^2}}$$

Le moment fléchissant pour une section CC' d'abscisse x est le moment $C = F\,(L_o - x)$ de la force F par rapport au point C_o, F étant appliquée en B.

On a vu d'autre part (6) que :

$$C = E\,I\,\frac{d\alpha}{dx} = E\,I\,\frac{d^2y}{dx^2}$$

E : module d'Young

I : moment d'inertie de la section droite par rapport à l'horizontale

Donc :

$$F\,(l - x) = E\,I\,\frac{d^2y}{dx^2}$$

$$\frac{d^2y}{dx^2} = \frac{F}{E\,I}\,(l - x)$$

L'expression de la flèche est (6) :

$$h = \frac{F\, l^3}{3\, E\, I}$$

On obtient :

$$R = \frac{dx}{d\alpha} = \frac{l^3}{3\, h\, (l - x)}$$

Soit dl l'élément de longueur de la fibre superficielle correspondant à l'élément dx de la fibre neutre ,

$$\frac{dl}{dx} = \frac{R + \frac{e}{2}}{R}$$

en remplaçant R par l'expression obtenue précédemment, on a :

$$\frac{dl}{dx} = 1 + \frac{3\, he\, (l - x)}{2\, l^3}$$

On obtient l'allongement transversal pour la fibre superficielle, en fonction de la flèche appliquée, soit :

$$\left(\frac{\Delta l}{l_o}\right)' = \frac{3\, h\, e\, (l_o - x)}{2\, l_o^3}$$

Les indices (') seront employés par la suite pour l'effet transversal

Si la surface de la barre porte un conducteur électrique, perpendiculaire à la direction de la contrainte produisant la flexion, nous aurons une variation de résistance telle que :

$$\left(\frac{\Delta R}{R}\right)' = k' \left(\frac{\Delta l}{l}\right)'$$

k' : coefficient transverse.

Nous avons vérifié (8) que $\left(\frac{\Delta R}{R}\right)'$ était proportionnel à e, épaisseur du support, h flèche appliquée, inversement proportionnel à l_o^3, l_o longueur fléchie (figures 16, 17, 18 chapitre II.1.2.) et enfin proportionnel à $(l_o - x)$.

Pour cette dernière mesure, nous avons déposé une couche transversale à différentes distances de l'encastrement (à x différents). Le même coefficient k' est obtenu pour une même épaisseur du support, l_o, e et h étant constants d'autre part. Ceci a vérifié notre hypothèse de la flexion plane non circulaire. D'autre part, les mesures des coefficients k' transversaux ont donné les résultats obtenus par MM. THUREAU et LEMIERE (7) pour des dépôts effectués dans les mêmes conditions (support : plexiglass, couches de bismuth).

I.2. REALISATION DES COUCHES

I.2.1. SUPPORT

Nous avons utilisé différents supports. Pour nos études systématiques du phénomène, il nous fallait un support que l'on pouvait facilement fléchir et pouvant résister, lors des recuits, à des températures de l'ordre de 400°C. Pour cela nous avons employé des feuilles de mica, des lames de quartz ou de pyrex, d'épaisseurs inférieures au millimètre. Nous avons effectué nos dépôts également sur plexiglass, mais sans faire de recuit.

Il est indispensable de nettoyer ce support de façon à le débarasser de toute trace de graisse qui risquerait de rendre le dépôt non adhérent. On peut les nettoyer au moyen de vapeurs nitreuses résultant de l'attaque de l'acide nitrique par quelques gouttes d'alcool.

Ces lames doivent être ensuite lavées longuement à l'eau distillée pour être enfin séchées à 150°C sous vide. En aucun cas le support ne doit être en contact avec un corps ou une pince n'ayant pas subi un nettoyage soigné. Toute trace de graisse diminue considérablement l'adhérence des dépôts lorsqu'ils sont recuits ; ces opérations de nettoyage doivent être menées avec le plus grand soin. Il faut aussi dégazer ces supports avant le recuit des lames. Pour cela, elles subissent un chauffage prolongé à 400°C sous vide.

I.2.2. TECHNIQUE D'EVAPORATION

La préparation des couches s'effectue par évaporation thermique sous un vide d'environ 5.10^{-6} mm de Hg. Le groupe de pompage comporte une pompe à diffusion d'huile (Apiezon C) S.E.A.V.O.M. de 100 cm^3 équipée d'un piège à azote liquide, et une pompe à palette BEAUDOUIN. Le vide est mesuré avec une jauge Pirani pour le primaire, une jauge Philips pour le secondaire, alimentées par un coffret Philani (Edwards). Nous avons aussi utilisé un groupe identique au précédent où le vide était mesuré à l'aide d'une jauge Penning.

A.- Le bismuth

- Préparation des couches minces de bismuth

C'est un élément du 5e groupe de la classification de Mendéléieff. Le bismuth massif cristallise dans le système rhomboèdrique avec deux atomes par maille. Les paramètres du réseau sont (15) :

a = 4,735 6 et α = 57° 14' 12" angle interaxial

La représentation dans le système hexagonal a pour paramètres :

a_o = 4,546 c_o = 11,860 (Tables ASTM)

Les noeuds du réseau rhomboèdrique sont disposés suivant des couches équidistantes, les liaisons entre couches sont faibles, ce qui explique le clivage parfait. La liaison entre atomes d'une même couche est homopolaire.

Pour la réalisation de la couche, le support de la lame est placé à une distance de l'ordre de 10 à 20 cm (toujours la même) de l'évaporateur. Le bismuth est mis dans celui-ci, l'épaisseur de la couche étant proportionnelle à la quantité de bismuth de l'évaporateur. Celui-ci, représenté par la figure 3, est une coupelle de molybdène d'environ 1 cm de diamètre découpée dans une feuille de ce métal. Elle est posée sur une spirale de molybdène chauffée par effet Joule. Le bismuth est placé sur la coupelle et une double pesée permet de déterminer la masse de métal évaporée. Pour cela, on pose à côté de la lame de mica, une lamelle couvre-objet que l'on a pesée avant l'opération, puis que l'on repèse après. On obtient ainsi le poids de bismuth évaporé, puis on détermine la surface métallisée, donc l'épaisseur. La masse de métal évaporée est donnée avec une grande précision à l'aide d'une micro-balance.

Il est très important de remarquer que, du fait de sa très grande tension superficielle, le bismuth en fusion ne mouille pas la coupelle, ce qui est visible sur la figure 3.

- Recuit des lames de bismuth

La technique a été mise au point au laboratoire des couches métalliques minces de Caen par M. HUET (14). A cause de sa très forte tension superficielle, le bismuth ne peut être porté à une température supérieure à 200°C. Pour toutes les lames d'épaisseurs comprises entre 50 Å et 4 000 Å, il se produit vers 230°C, un phénomène de rupture de la lame, le métal cessant

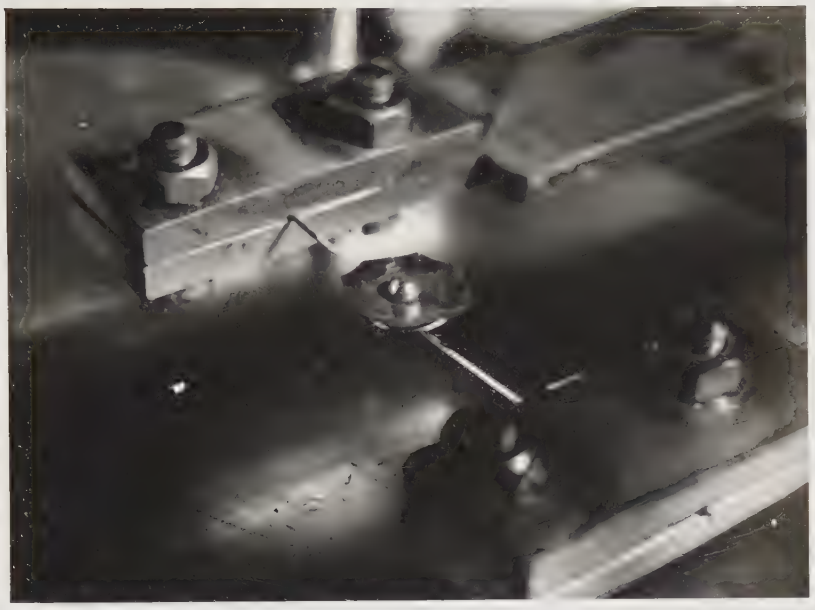


Figure 3 .

alors de mouiller le support, forme de petits globules sphériques isolés rendant toute mesure impossible. Il faut alors déposer le bismuth entre deux couches d'oxyde de bismuth Bi_2O_3. Les tensions sont alors considérablement réduites, les surfaces sont toutes les deux dans le même état énergétique. Une telle couche de bismuth peut alors être portée jusqu'à 360°C. Cette température est suffisante pour recuire le métal en sandwich entre les 2 couches d'oxyde.

- Préparation des couches d'oxyde

Elles sont préparées par évaporation cathodique.

Première couche d'oxyde : préparation.

Le support doit être soigneusement préparé, comme dans le cas des couches de bismuth. Les supports en mica ou en quartz (le plexiglass étant évidemment exclus puisqu'il ne supporte pas les températures des recuits) sont recouverts d'une première couche d'oxyde de bismuth par projection cathodique à partir d'une cathode de bismuth, sous une pression d'oxygène de l'ordre de 0,1 mm de mercure, de façon à favoriser l'oxydation. Le dispositif de projection cathodique est représenté par la figure 4.

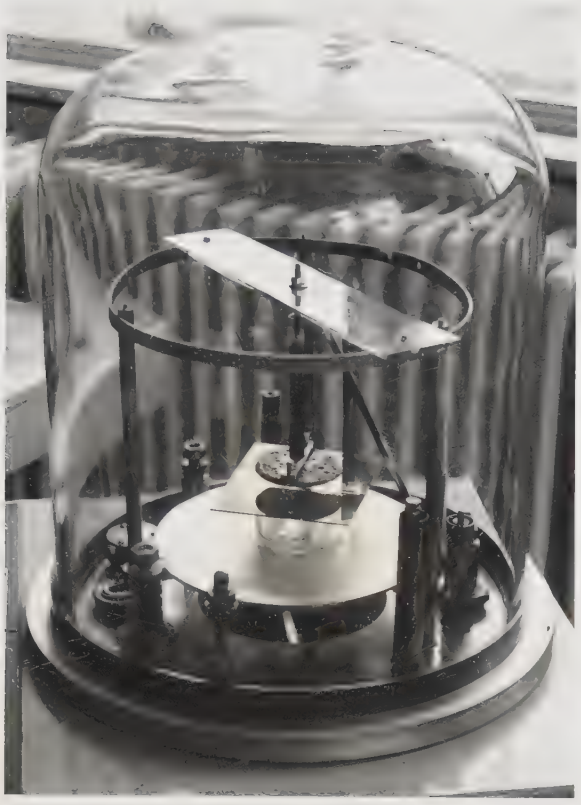


Figure 4.

La cathode a été fabriquée par fusion sous vide, en bismuth, le même que celui employé pour l'évaporation. Sa pureté est supérieure à 99,99 %. Cette cathode a été polie soigneusement sur l'une de ces faces, et suspendue à une tige d'aluminium comme le montre la figure 4. La cathode de bismuth est connectée au pôle négatif d'une source à haute tension réglable entre 0 et 2 000 volts, le pôle positif étant connecté à la masse.

La lame destinée à être recouverte d'oxyde est placée sous la cathode à une distance d'environ 1 cm. On règle le vide à une pression de 0,1 mm de mercure après avoir fait le plein de la cloche en oxygène. La tension est réglée à environ 600 volts. La décharge est alors nettement visible. Il faut bien placer le support en mica ou en quartz dans la lueur anodique. Les conditions d'oxydation seront alors maxima et on obtient des couches très propres et dénuées de toute trace de bismuth métallique.

L'épaisseur de la couche d'oxyde est déterminée par pesée d'une lamelle couvre-objet de microscope avant la projection, puis après une projection préliminaire de durée identique à celle de la couche sur le support. La lamelle occupe dans cette projection préliminaire la place du support.

Les deux pesées sont faites à l'aide d'une microbalance SARTORIUS. La couche de bismuth est ensuite déposée. Puis la seconde couche d'oxyde est obtenue dans les mêmes conditions que la première.

Il est à remarquer que ces conditions favorisant l'oxydation du bismuth en cours de dépôt déterminent également une oxydation superficielle de la couche déjà existante. Monsieur P. HUET a suivi la résistance d'une couche de bismuth soumise à une projection cathodique d'oxyde de bismuth. Il a pu déceler une augmentation de résistance au début de l'opération. Lorsque la pénétration atteint environ 100 Å, la résistance se stabilise, l'oxyde formé préservant le métal sous-jacent.

Cette oxydation superficielle dont la profondeur n'est pas rigoureusement constante oblige à déterminer l'épaisseur des films "en sandwich" à partir de leur résistance électrique à 20 ° C. La variation de cette résistance avec l'épaisseur peut être aisément déduite de la variation de résistivité avec l'épaisseur, déterminée par pesée, de films déposés sans oxyde.

L'étude de la variation de résistance des couches de bismuth pendant le recuit a été effectuée par P. HUET (14). Ces résultats sont résumés précédemment (6). L'intérêt pratique en est qu'à une certaine température, pour une épaisseur donnée (par exemple à 20 ° C pour 2 200 Å), on obtient un coefficient de température nul pour ces lames.

- Technique des recuits

Les lames ainsi traitées peuvent être recuites. Les recuits ont lieu sous une pression de 10^{-6} mm de mercure, dans un four électrique réalisé au laboratoire, représenté par la figure 5.

C'est un tube d'alumine de 15 cm de longueur et de 4 cm de diamètre, sur lequel sont bobinés deux enroulements à spires très rapprochées de fil de molybdène de 0,8 mm de diamètre. Chacun de ces enroulements est noyé dans une couche de ciment réfractaire. Afin d'éviter les déperditions de chaleur aux extrémités du four, des spires du deuxième enroulement sont beaucoup plus rapprochées aux extrémités qu'au centre. De plus, le four possède une longueur suffisamment grande devant son diamètre, de façon à obtenir une température bien homogène dans un espace de dimensions au moins égales à celles de la lame.

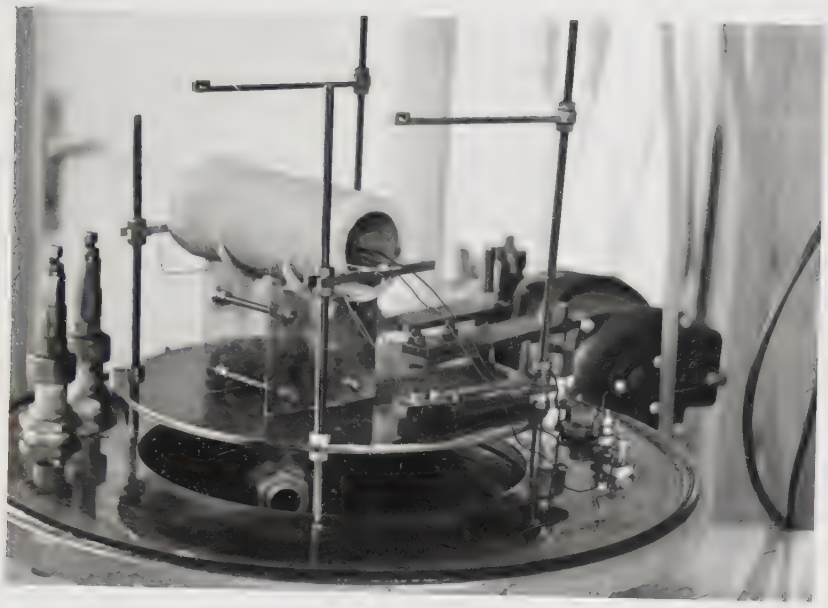


Figure 5.

B. - Le Nickel

- Préparation des couches

Corps du huitième groupe de la classification périodique, c'est un métal ferromagnétique. Il cristallise dans le système cubique à faces centrées de paramètre a = 3,5238 (fiche ASTM) ; la distance minimum entre atomes étant 2,491 Å (15).

Deux méthodes de préparation des couches minces de nickel ont été utilisées.

Dans la première, la source d'évaporation est un fil de tungstène enroulé en hélice sur lequel le nickel à évaporer est déposé par électrolyse. Ce filament avant le dépôt électrolytique est "flashé" pour le débarasser des impuretés qu'il contient. Cette méthode a été employée par M. G. GOUREAUX (17). Ce premier type de dépôt est effectué à faible vitesse d'évaporation (inférieure à 20 Å/sec) (10).

Dans la seconde, la source d'évaporation est un creuset de tungstène chauffé par un filament de même métal, les dépôts étant obtenus à grande vitesse d'évaporation (supérieure à 500 Å/sec) (11). Ceci pour éviter que le nickel ne réagisse sur le tungstène trop longuement lorsque le point de fusion est atteint (18).

- Recuit des lames de nickel

Cette opération menée sous vide, est plus simple que pour les lames de bismuth. Les couches sont placées dans un four et chauffées jusqu'à une température de 420 ° C qui, étant supérieure au point de Curie du nickel massif, place après refroidissement tous les dépôts dans le même état magnétique. Cette méthode est exactement la même que celle utilisée par M. GOUREAUX (17).

C. - Le Tellure

C'est un élément de la sixième colonne du tableau périodique. Il cristallise dans le système hexagonal avec un rapport des paramètres dans la notation usuelle de $c/a = 1,315$. L'intervalle interatomique est de 2,86 Å (19). La largeur de la bande d'énergie interdite est 0,35 eV à la température ambiante. A cette température, le tellure est un semi-conducteur intrinsèque quand il est raisonnablement pur. la résistivité intrisèque étant 0,29 Ω.cm dans une direction parallèle à l'axe C, et 0,59 Ω.cm dans une direction perpendiculaire à cet axe. Il s'évapore facilement (20), à partir d'un creuset en molybdène ou en tungstène. C'est cette méthode que nous avons utilisée, le montage étant le même que pour les évaporations de bismuth.

D. - L'Antimoine

Elément de la même colonne que le bismuth, il cristallise comme lui dans le système rhomboèdrique. Ses paramètres au point de vue massif sont : $a = 4,5064$, l'angle interaxial étant de 57° 6' 30", et la distance minimum entre atome égale à 2,903 Å (15). Sa représentation dans le système hexagonal a pour paramètre : $a_o = 4,307$ et $c_o = 11, 273$ (Tables ASRM). Comme le bismuth, il peut être évaporé à partir d'un creuset de molybdène et c'est la méthode employée ici.

Pour ces deux derniers corps, nous n'avons pas étudié l'influence du recuit sur leurs propriétés extensométriques.

Nous avons réalisé quelques mesures sur des couches d'or, évaporé à partir d'un filament de tungstène. Les couches évaporées de cette façon n'ont pas donné de résultats très concluants.

I.2.3. CACHES.

La forme de la couche et des contacts est déterminée par des caches placés contre le support, entre celui-ci et l'évaporateur.

Nous avons utilisé deux méthodes. L'une, déjà employée lors de l'étude de l'effet longitudinal (6), consiste à découper dans une feuille de mica les figures voulues. L'autre est un procédé de photogravure, utilisant un produit Kodak photosensible, le Resifax. Pour cela on prend une feuille de clinquant de cuivre, préalablement polie et dégraissée. Trempée dans la solution Resifax, elle se recouvre d'une pellicule photosensible. On applique alors sur cette préparation un cliché positif, représentant le dessin voulu, et on l'expose au rayonnement intense d'une lampe Photolita riche en ultra-violets. La pellicule exposée au rayonnement se polymérise, ce qui la rend inattaquable. Les parties non exposées, dépouillées au trichloréthylène, et qui ainsi ne sont pas protégées, sont attaquées par du perchlorure de fer en solution à 40° Baumé, porté à une température de 60° C.

Nous avons ainsi réalisé des caches pour l'effet transversal, avec des abscisses x différentes (a) et pour les deux effets transversal et longitudinal (b) (figure 6). On voit sur la partie (b) le cache pour la lame proprement dite, celui des contacts, et enfin la lame terminée.

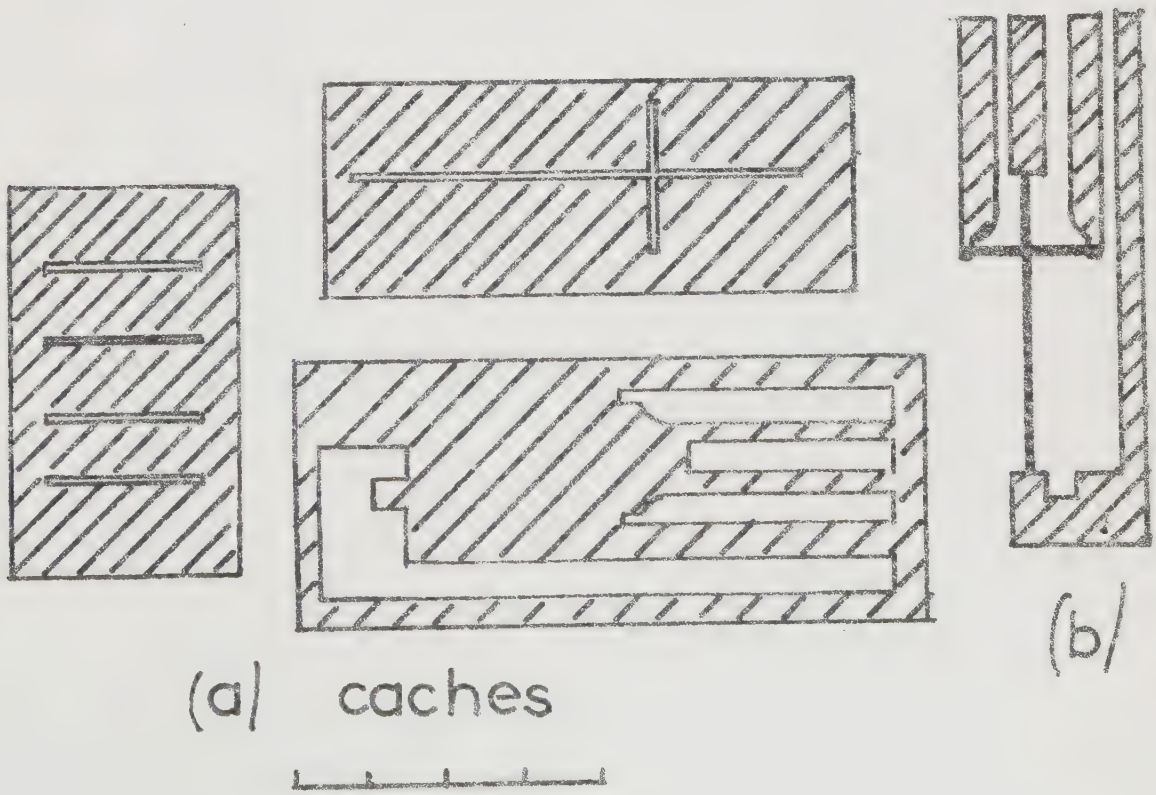


Figure 6.

I.2.4. REALISATION DES CONTACTS

Il est nécessaire pour ne pas introduire une trop grande erreur sur $\Delta R/R$ d'utiliser des contacts de faible résistance.

Avec la plupart des métaux, il est possible d'employer des contacts en argent ou en or de façon à bénéficier d'une faible résistivité.

Cette technique échoue avec le bismuth, l'argent ou l'or diffusant dans le bismuth. Il est alors nécessaire de réaliser des contacts en bismuth épais, de l'ordre de 10 000 à 20 000 Å d'épaisseur. Leur résistance est alors négligeable devant celle de la lame, si celle-ci a une épaisseur faible (jusqu'à 2 000 Å).

Une deuxième technique a été utilisée pour les contacts : nous avons employé pour réaliser ceux-ci de la peinture à base d'argent Degussa, qui présente une résistivité extrèmement faible et ne perturbe en rien les résultats. Il ne faut cependant pas l'employer lors des recuits. Pour le nickel, les contacts ont été faits en or.

I.3. METHODES DE MESURE

I.3.1. MONTAGE DE LA LAME. MESURE DE LA FLECHE IMPOSEE

Il fallait que l'encastrement soit net, et que la lame ne puisse glisser au cours de la mesure. La lame a été placée entre deux plaques de plexiglass de 15 mm d'épaisseur, l'une étant supportée par deux colonnes en laiton rigoureusement de la même hauteur, l'autre étant sérrée dans la première à l'aide d'un barreau de métal et de deux vis. La figure 7 montre d'ailleurs le support de la lame, la lame et le micromètre avec lequel on produit la flexion. Ce micromètre est un appareil utilisé en horlogerie et permet de mesurer le 1/100e de mm.

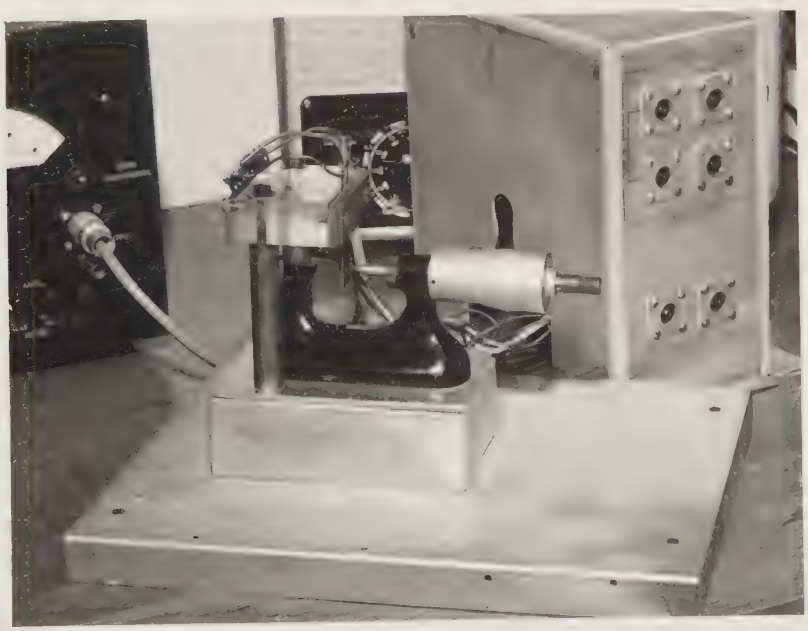


Figure 7.

Pour avoir un point d'attaque précis, sur la lame, nous avons placé à l'extrémité une pointe qui remplace la pièce place du micromètre. Le point d'application de la flexion est ainsi très bien défini. Le tout est placé sur un support bien fixe, de façon à ne pas introduire de vibrations parasites. Les contacts électriques sont pris sur les contacts en bismuth épais de la lame, à l'aide de minces feuilles de clinquant de cuivre.

Pour éviter à la lame l'influence des changements de température extérieure, la système est placé dans uen enceinte en aluminium; on évite ainsi au maximum les variations de résistance dûes à de brusques changements de température, variations qui peuvent être très importantes et que l'on peut remarquer en approchant une lampe allumée au voisinage de la lame. Une petite lunette en plexiglass permet de suivre la flexion de la lame. On lit la flèche sur le tambour du micromètre gradué en 1/100e de mm.

I.3.2. MESURE DES VARIATIONS RELATIVES DE RESISTANCE. METHODE ALTERNATIVE

La méthode utilisée est une méthode de zéro en B.F. (500 cycles/seconde). En effet, nous avons fait un dépôt au recto et au verso des supports. Ces deux couches minces, recto et verso, sont utilisées comme branches d'un pont de WHEASTONE alimenté en alternatif. Les deux autres branches du pont sont formées de deux résistances et d'un potentiomètre permettant de réaliser une différence de potentiel nulle entre le point commun aux deux couches et le point commun aux deux autres résistances du pont . Les deux couches ont des résistances aussi voisines que possible, R et R'. Le zéro peut être réalisé à moins d'un microvolt près, grâce à une amplification de la tension existant entre les deux points. Ce zéro n'est pas détruit par une variation de l'intensité des courants alimentant les deux couches. De même, toute variation de température du support entraîne une variation de même sens des tensions existant aux bornes des couches et le zéro persiste. C'est là un des intérêts du dépôt recto verso, l'influence de la température du support étant pour une grande part limitée.

Le pont de WHEASTONE est alimenté en alternatif. Les fils blindés introduisent des capacités parasites de quelques centaines de picofarads, les potentiomètres peuvent introduire des selfs parasites. Pour éviter ces désavantages, nous avons placé en parallèle sur les résistances de la branche opposée aux lames, des condensateurs dont les valeurs sont les suivantes : 4 700 pF, 2 200 pF, 200 pF, 1 000 pF, 470 pF et un condensateur variable permettant de compenser les réactances parasites.

Les deux résistances sont de 6 800 Ω, et les potentiomètres permettant de faire le zéro sont de 1 000 Ω et 250 Ω , ce dernier permettant de faire un réglage définitif, le premier ayant servi à un réglage grossier.

Le deuxième intérêt du dépôt recto verso est qur toute déformation du support entraîne des variations de résistance $+\Delta R$, et $-\Delta R'$ égales en valeur absolue, mais opposées, égales car R et R' sont aussi voisines que possible. Cette variation fait apparaître aux bornes du pont une tension ΔV

Les deux couches déposées recto verso sont d'épaisseurs aussi voisines que possible et bien que R ne soit jamais rigoureusement égal à R', on peut poser : $\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta R'}{R'}$

On démontre alors que (6) :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{2\Delta V}{V}$$

V : tension d'alimentation du pont (figure 8 et 9)

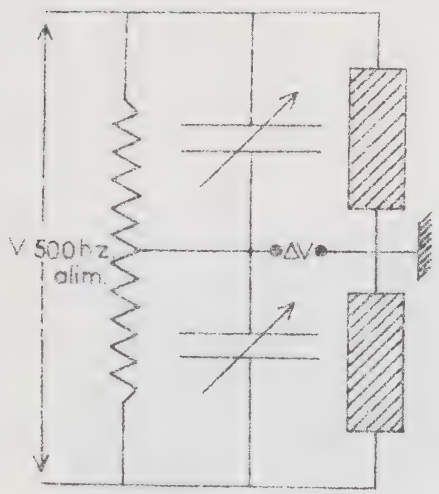


FIGURE 8

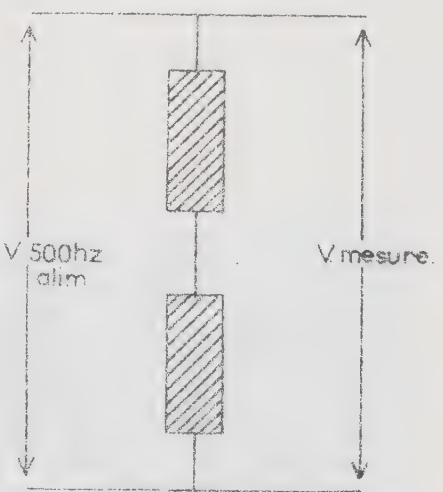


FIGURE 9

Pour la mesure de dv, on utilise un amplificateur ultra-sélectif à très faible bruit de fond. C'est un amplificateur Général Radio auquel est associé un filtre G.R.. Le filtre peut être utilisé entre 20 c/s et 100 kc/s. Nous effectuons la mesure en B.F. (500 c/s).

Le générateur est aussi un appareil G.R. présentant les caractéristiques suivantes :

- Très faible distorsion
- Fréquence stable
- Tension de sortie constante
- Choix instantané de l'une des 27 fréquences possibles entre 20 et 15 000 c/s.

L'impédance de sortie utilisée dans nos mesures est 5 000 ohms.

La tension d'alimentation V est mesurée dans une deuxième opération après amplification et le rapport 2 dv/V nous donne directement dR/R. Les tensions dv et V sont lues après amplification sur un voltmètre à lampes Philips 6 017. Le schéma de montage est représenté par la figure (8), pour la lecture de dv, et par la figure (9) pour la lecture de V. La figure (10) représente le montage complet. Le générateur est en haut à gauche de l'amplificateur et son filtre au fond à gauche, la boîte contenant les condensateurs et les résistances du pont au premier plan, et le système de flexion à droite.Le voltmètre sur lequel on lit dv et V est placé derrière ce dernier.

Etant donné le faible bruit de fond de l'amplificateur, la sensibilité en $\Delta R/R$ peut atteindre 10^{-7}.

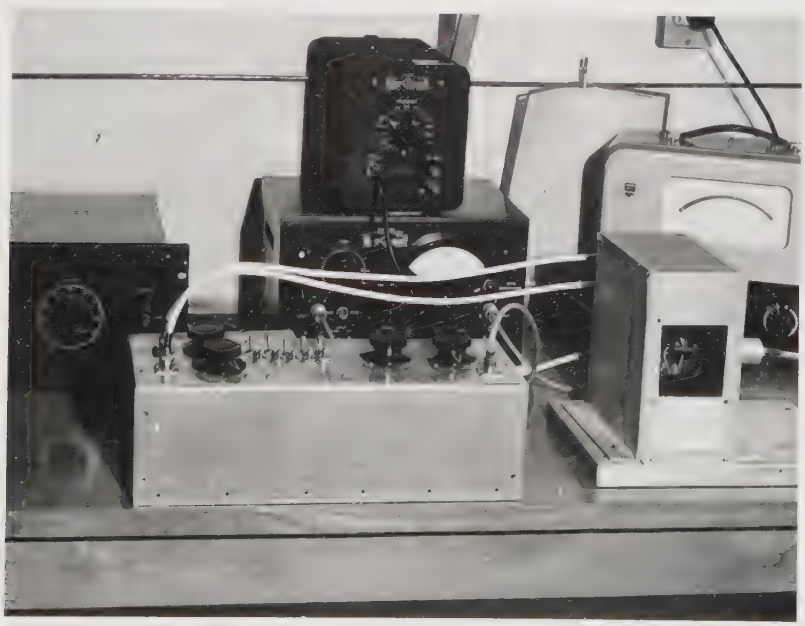


Figure 10.

I.3.3. METHODE DE MESURE EN CONTINU

La méthode alternative, quoique très précise, présente le désavantage de ne pas donner le sens de la variation de résistance. On verra dans la suite que pour une variation de longueur positive, c'est à dire pour un allongement de la fibre superficielle (face convexe), il arrive que la résistance diminue. Le coefficient obtenu est alors négatif $\left(\frac{\Delta R}{R} / \frac{\Delta l}{l} < 0\right)$.

Nous avons donc utilisé une méthode de mesure en continu. Celle-ci, pour de grandes variations de résistance, a toujours donné des résultats qui ne s'écartaient pas de plus de 5 % de ceux donnés en alternatif. Pour cela, nous avons employé un pont de WHEASTONE B.12. AOIP, alimenté par une pile de 1,5 volt. Le passage du courant dans la branche médiane est décelé par un galvanomètre AOIP à grande sensibilité (10^{-9} cb/mm) et à faible résistance du cadre. On obtient ainsi directement la variation relative de résistance $\Delta R/R$ pour un dépôt.

I.3.4. MESURE DE LA VARIATION RELATIVE DE RESISTANCE POUR DES DEPOTS TRES RESISTANTS

C'est le cas des lames de bismuth ou de nickel de faible épaisseur (inférieure à 100 Å) et pour les lames de tellure. Nous avons employé un montage d'adaptation d'impédance en continu, en utilisant un tube 12 AX 7 en montage à cathode asservie.

Un tel montage présente les avantages suivants :

- Le gain est légèrement inférieur à 1.
- L'impédance de sortie est faible.
- L'impédance d'entrée est élevée.

Pour les lames à fortes résistances, nous n'avons utilisé qu'un seul dépôt, une faible variation d'épaisseur pouvant donner des lames trop différentes, au point de vue résistif, les unes des autres. Pour équilibrer le pont, nous avons remplacé la lame verso par une résistance équivalente, protégée de l''extérieur par une boîte métallique. La lame et la résistance équivalente sont alimentées en continu par une pile Mazda de 30 volts. Le montage symétrique utilise les deux triodes d'une 12 AX 7 (figure 11)

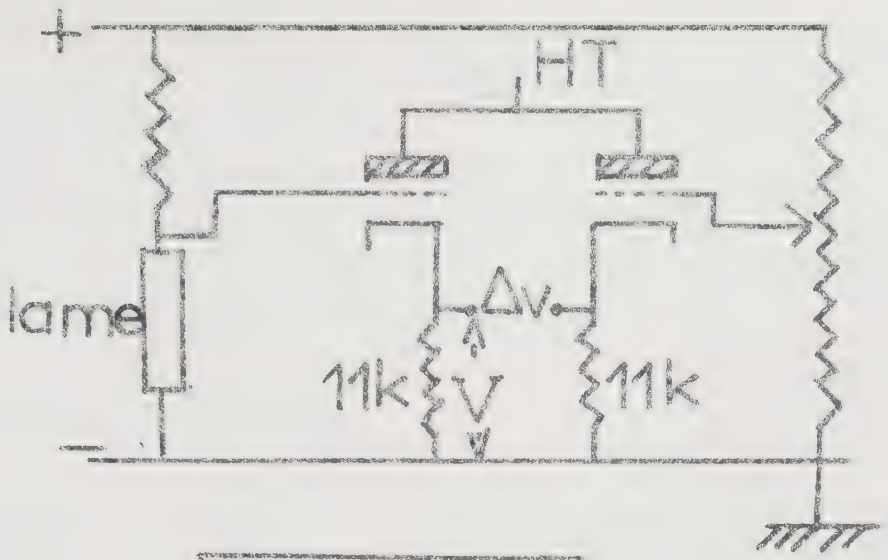


FIGURE 11

I.3.5. MESURES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE. APPAREILLAGE.

A.- Température supérieure à la température ambiante

Ces mesures n'ont pas été faites à une température supérieure à 200°C, le montage étant placé dans l'air, ce qui peut avoir pour effet d'oxyder les couches. La flèche est toujours donnée par un palmer au 1/100mm. J'ai réalisé un four à l'aide d'un tube de silice, dans lequel j'ai ménagé une petite ouverture pour le passage de la pointe. J'ai enroulé autour de ce tube un ruban métallique noyé dans du ciment réfractaire. Deux enceintes métalliques entourent ce four, l'espace de séparation étant bourré de laine de verre. La lame est encastrée dans un bloc d'aluminium et en est isolée électriquement à l'aide de feuilles de mica. Des orifices traversent ce bloc pour laisser passer les fils de contacts et le thermocouple servant à déterminer la température. Le tout est isolé de l'extérieur par des plaques d'amiante.

B.- Températures inférieures à la température ambiante

Nous avons utilisé deux points fixes : la température de l'azote liquide (80°K ou - 193°C) et celle de la glace carbonique dissoute dans de l'alcool (193°K ou - 80°C). L'enceinte est une boîte en polystyrène expansé qui conserve ces liquides cryogéniques pendant un temps bien supérieur à celui de la mesure (2 heures à _ 60°C avec le mélange de CO_2 solide et d'alcool).

La lame est plongée dans le mélange réfrigérant et prend ainsi la température voulue. Le support ne doit évidemment pas réagir avec l'alcool, ce qui est le cas du mica et du quartz. Le plexiglass est à éliminer dans le cas du mélange CO_2 + alcool. Pour faire la flexion, j'ai percé un trou dans l'enceinte de diamètre légèrement inférieur à celui de la pointe. A ces températures, le polystyrène se contracte, si bien que je n'ai pas eu à constater de grosses fuites du mélange réfrigérant par cet orifice.

I.3.6. PRECISION DES RESULTATS

La mesure en alternatif du $\Delta R/R$ est assez précise en raison de l'amplificateur à faible bruit de fond utilisé. La flèche est mesurée avec un palmer au 1/100 mm. Par cette méthode, l'erreur sur le coefficient n'est pas supérieure à 5 %. La plus grosse erreur réside dans la mesure des épaisseurs. Cependant une mesure de l'épaisseur parune méthode interférentielle nous a montré que ce paramètre, évalué par pesée, ne s'écartait pas de plus de 10 % des valeurs mesurées.

CHAPITRE II.

II.1. LE BISMUTH.

II.1.1. RAPPEL DE RESULTATS ANTERIEURS (6) ..(14)

A.- Résistivité des lames de bismuth

Celle-ci diffère suivant le support. Elle est grande pour les couches de faible épaisseur, puis tend vers une valeur asymptotique lorsque l'épaisseur augmente. Ceci est un phénomène de couche mince dont l'interprétation a été donnée par différents auteurs (21), (22), (23). Je reviendrai sur cette interprétation dans un prochain chapitre.

Après recuit, la valeur asymptotique est plus faible, et atteint l'ordre de grandeur du fil de bismuth massif utilisé pour les évaporations soit 140 $\mu\Omega$.cm. La figure 12 donne les courbes représentant la résistivité du bismuth sur verre et plexiglass d'une part , sur mica d'autre part, et la courbe de résistivité du bismuth après recuit en fonction de l'épaisseur des dépôts.

B.- Effet extensométrique longitudinal avant recuit

Nous avons vérifié que $\frac{\Delta R}{R}$ était proportionnel à e (support), h (flèche) figures 13 et 14, et inversement proportionnel à l^2, c'est à dire au carré de la longueur fléchie (6). Nous avons étudié le coefficient k longitudinal pour le bismuth déposé sur mica et sur plexiglass, en fonction de l'épaisseur de la couche. Celui-ci passe par un maximum (figure 15) égal à 26 (courbe I) sur le mica, et égal à 8 (courbe 2) sur le plexiglass, donc nettement plus marqué pour un dépôt sur mica. Le maximum se produit pour une couche d'épaisseur équivalente à 1.100 Å dans les deux cas. L'épaisseur augmentant, le coefficient k tend vers une valeur asymptotique égale à k = 2.

II.I.2. EFFET TRANSVERSAL AVANT RECUIT

Nous avons vérifié que $\frac{\Delta R}{R}$ était (8) :

- proportionnel à l'épaisseur du support
- proportionnel à la flèche imposée (figures 16 et 17)
- proportionnel à $(l_o - x)$ (figure 18)
- inversement proportionnel à l_o^3

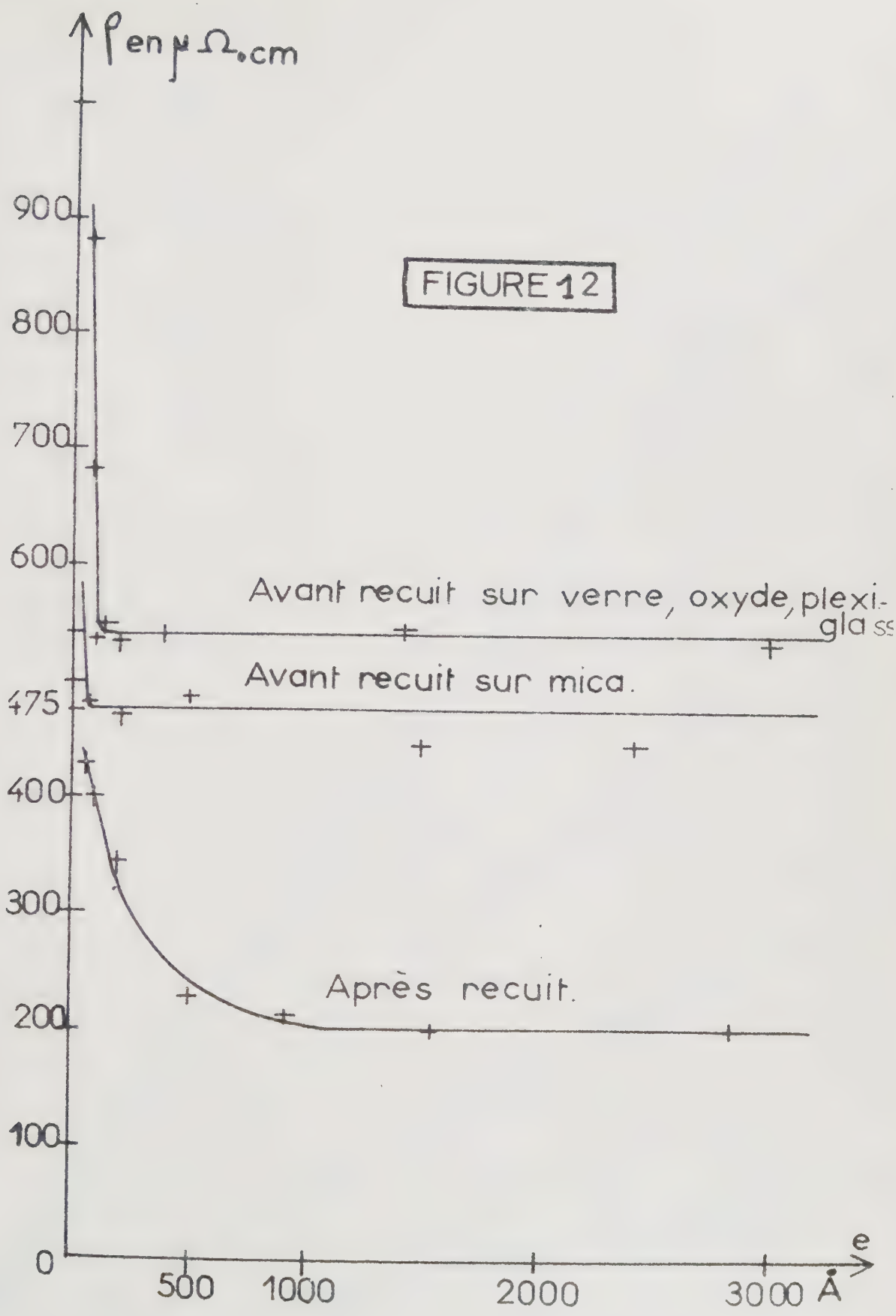

ρ en μΩ.cm
900
800
700
600
475
400
300
200
100
0
500
1000
2000
3000 Å
e
Avant recuit sur verre, oxyde, plexi-glass
Avant recuit sur mica.
Après recuit.

FIGURE 12

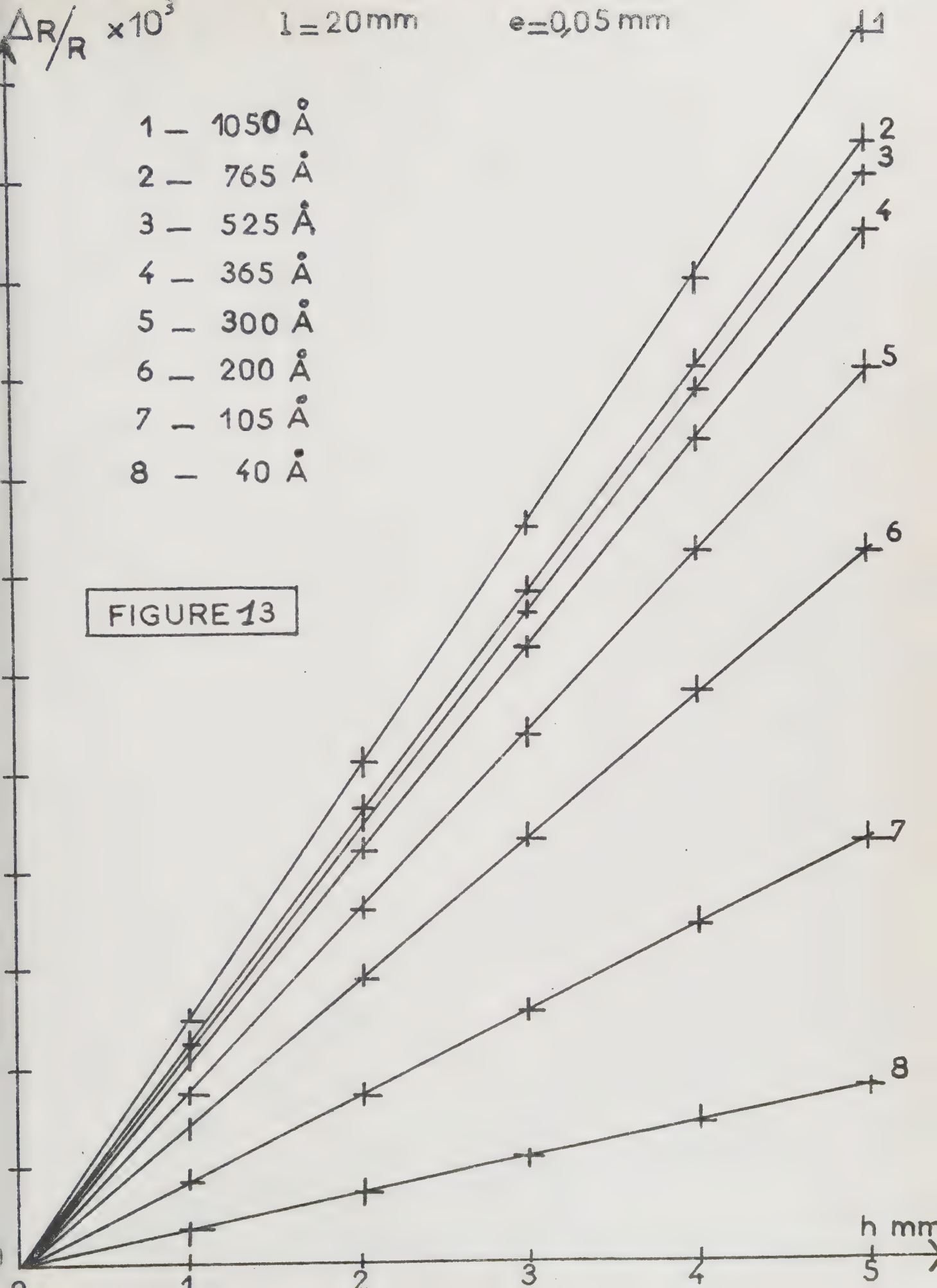

ΔR/R ×10³
l = 20 mm
e = 0,05 mm
1 — 1050 Å
2 — 765 Å
3 — 525 Å
4 — 365 Å
5 — 300 Å
6 — 200 Å
7 — 105 Å
8 — 40 Å
h mm
0
1
2
3
4
5

FIGURE 13

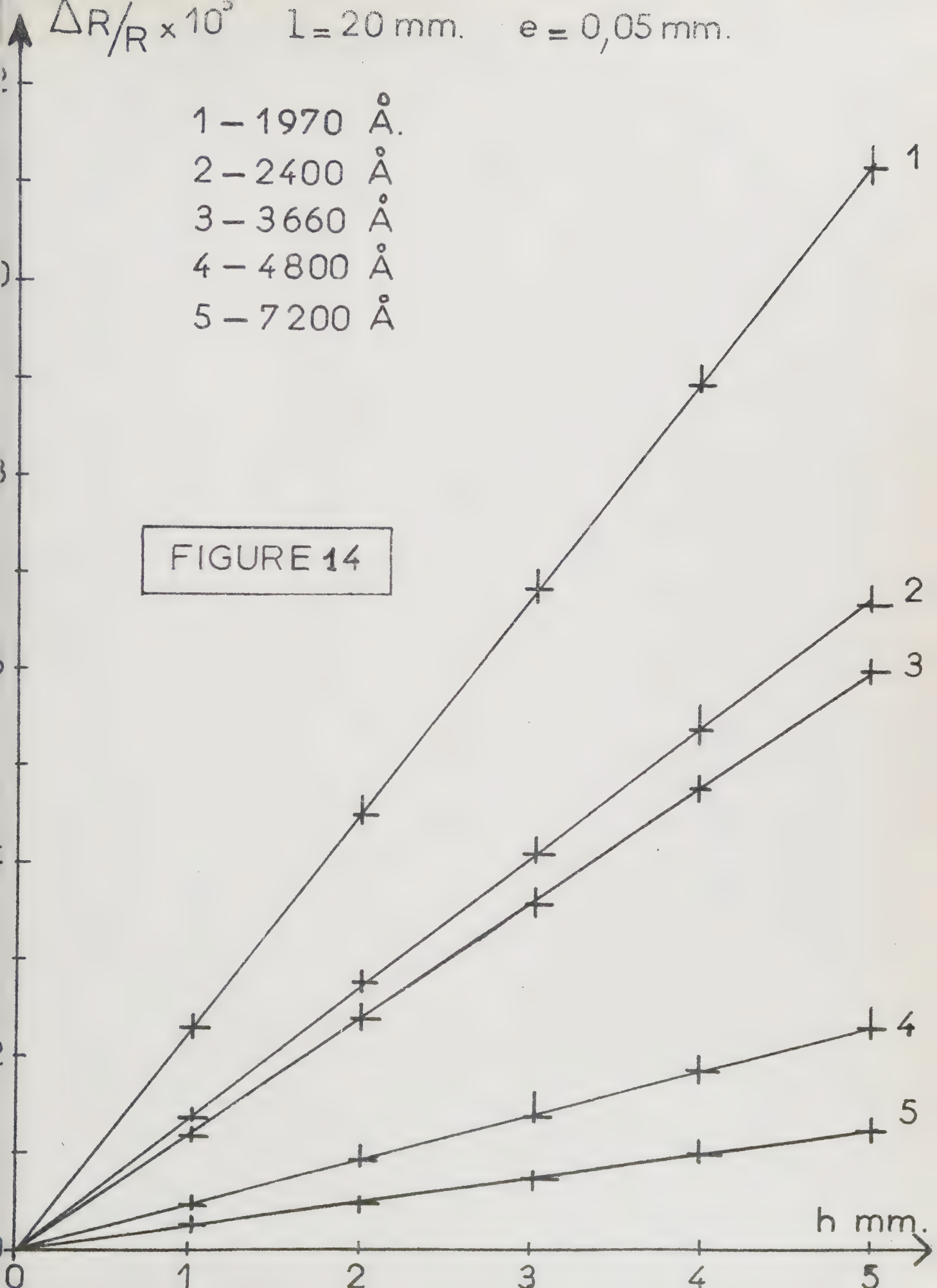

$\Delta R/R \times 10^3$
l = 20 mm.
e = 0,05 mm.
1 – 1970 Å.
2 – 2400 Å
3 – 3660 Å
4 – 4800 Å
5 – 7200 Å
1
2
3
4
5
h mm.
0
1
2
3
4
5

FIGURE 14

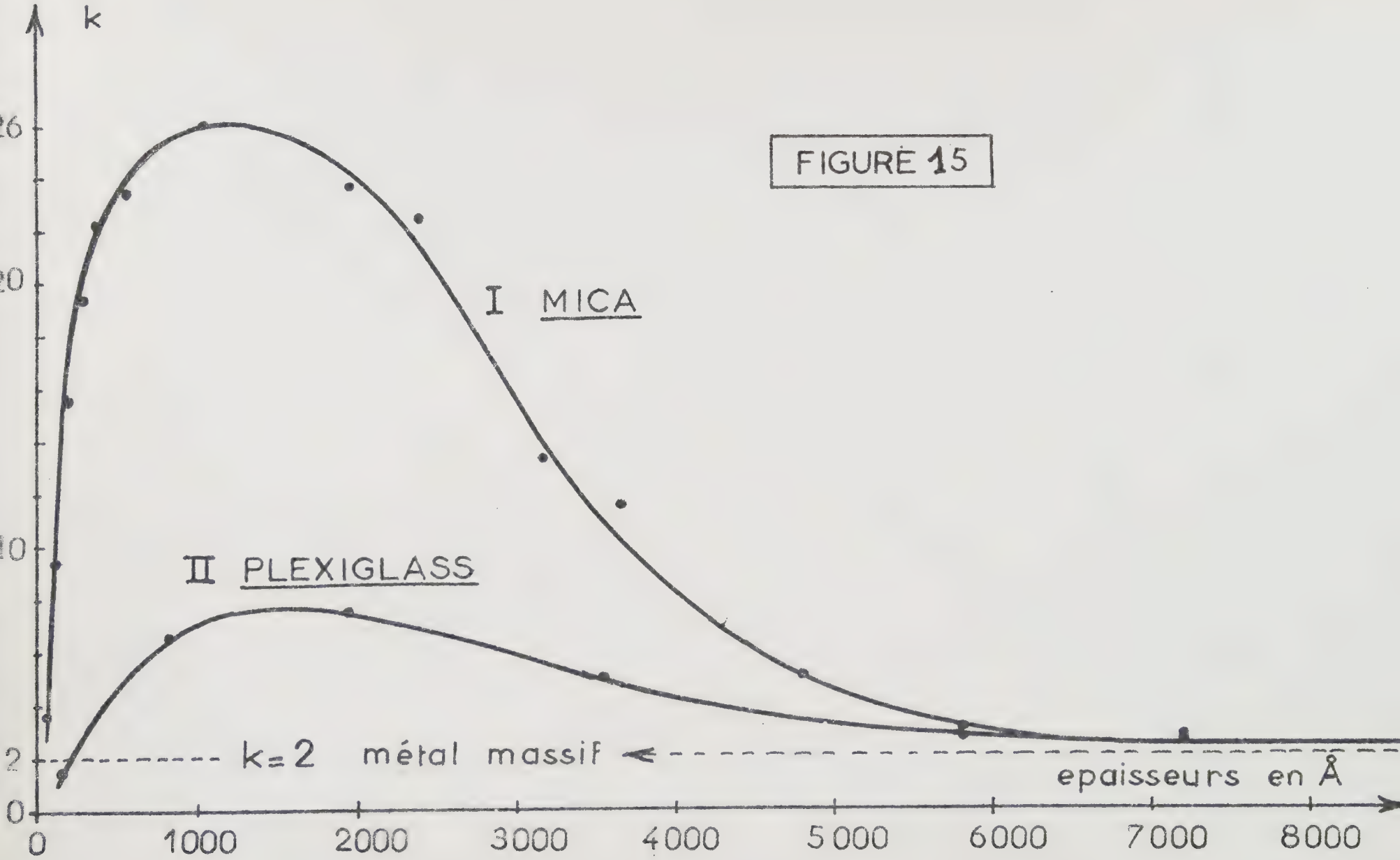

k
26
20
10
2
0
I MICA
II PLEXIGLASS
k=2 métal massif
epaisseurs en Å
0
1000
2000
3000
4000
5000
6000
7000
8000

FIGURE 15

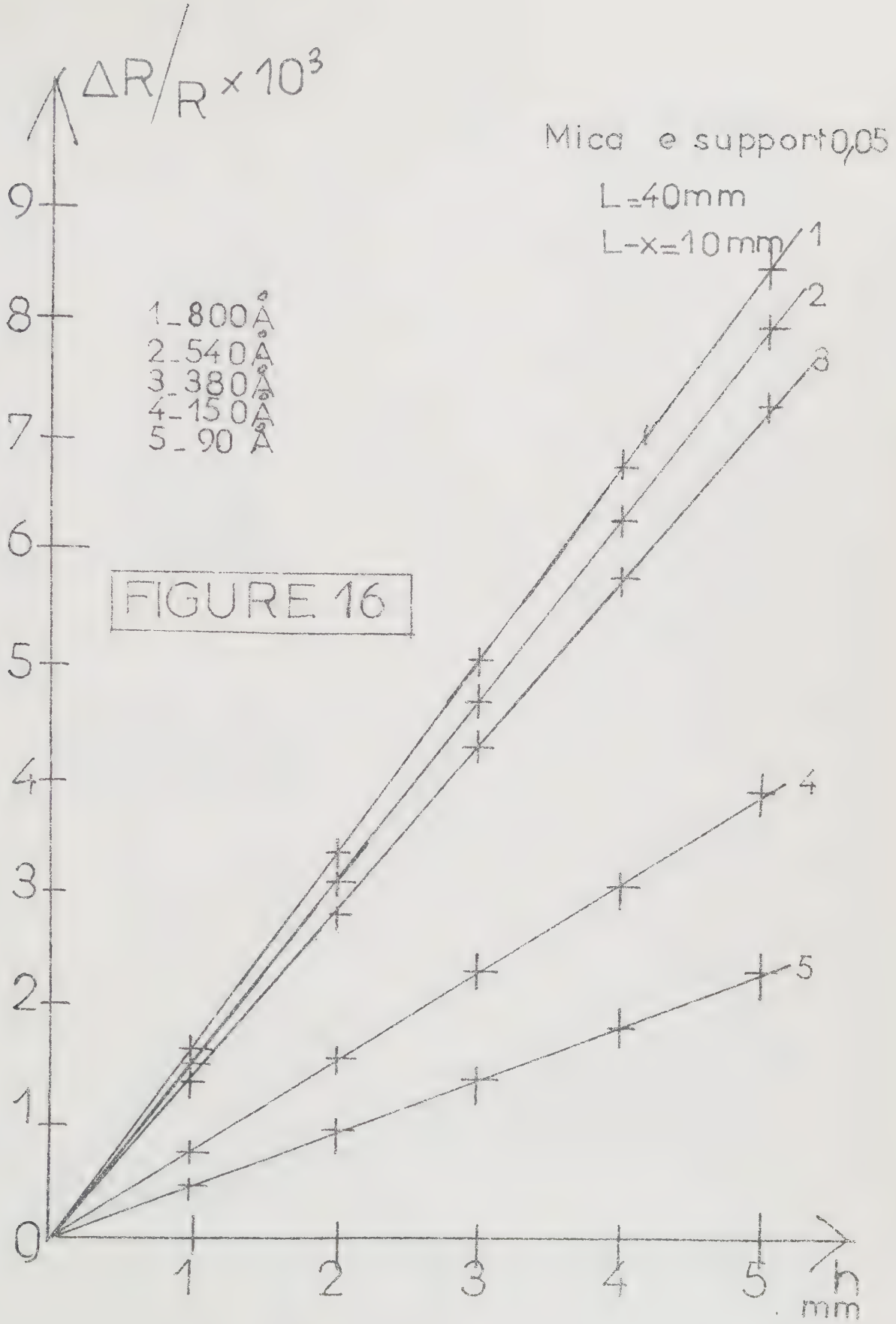
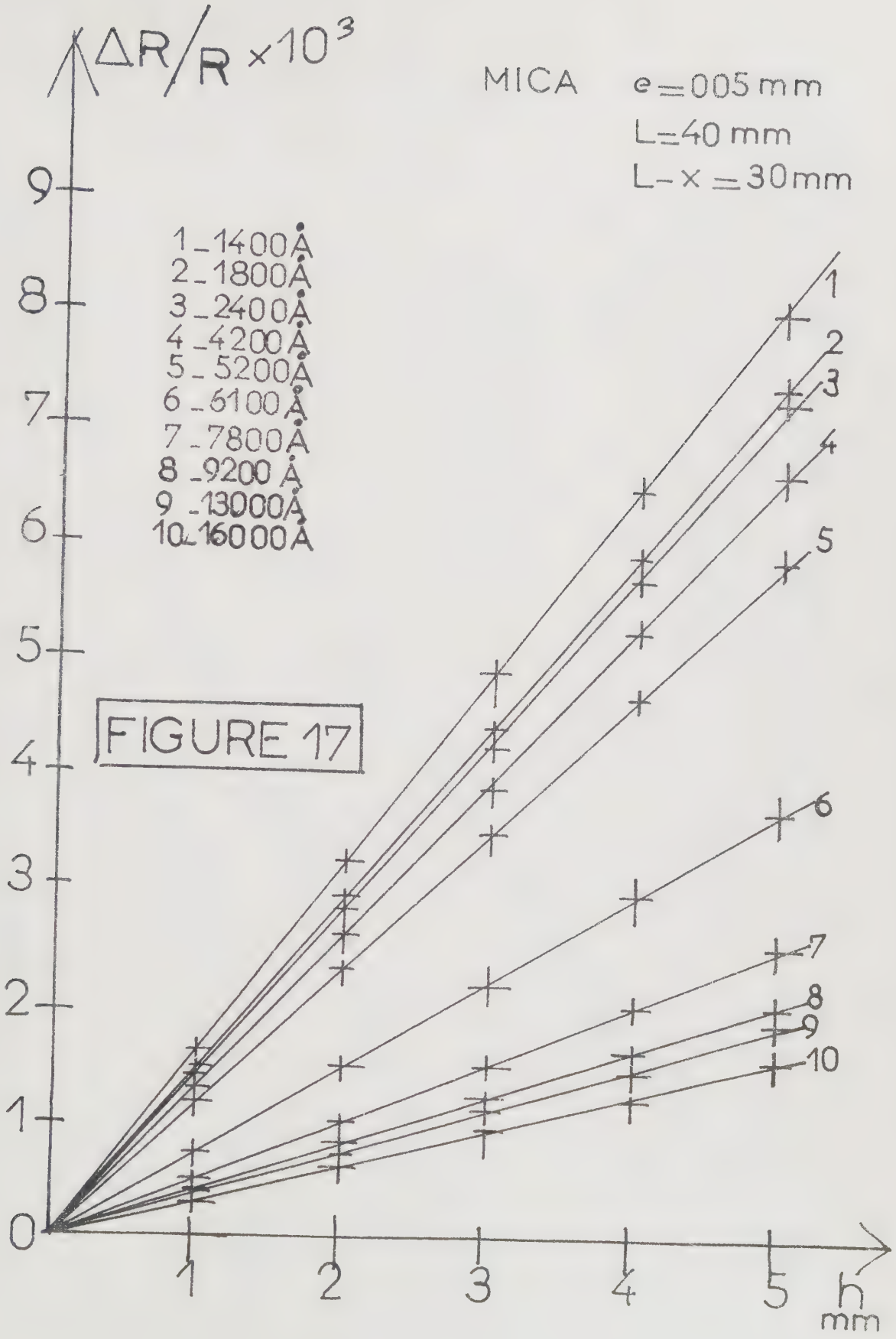
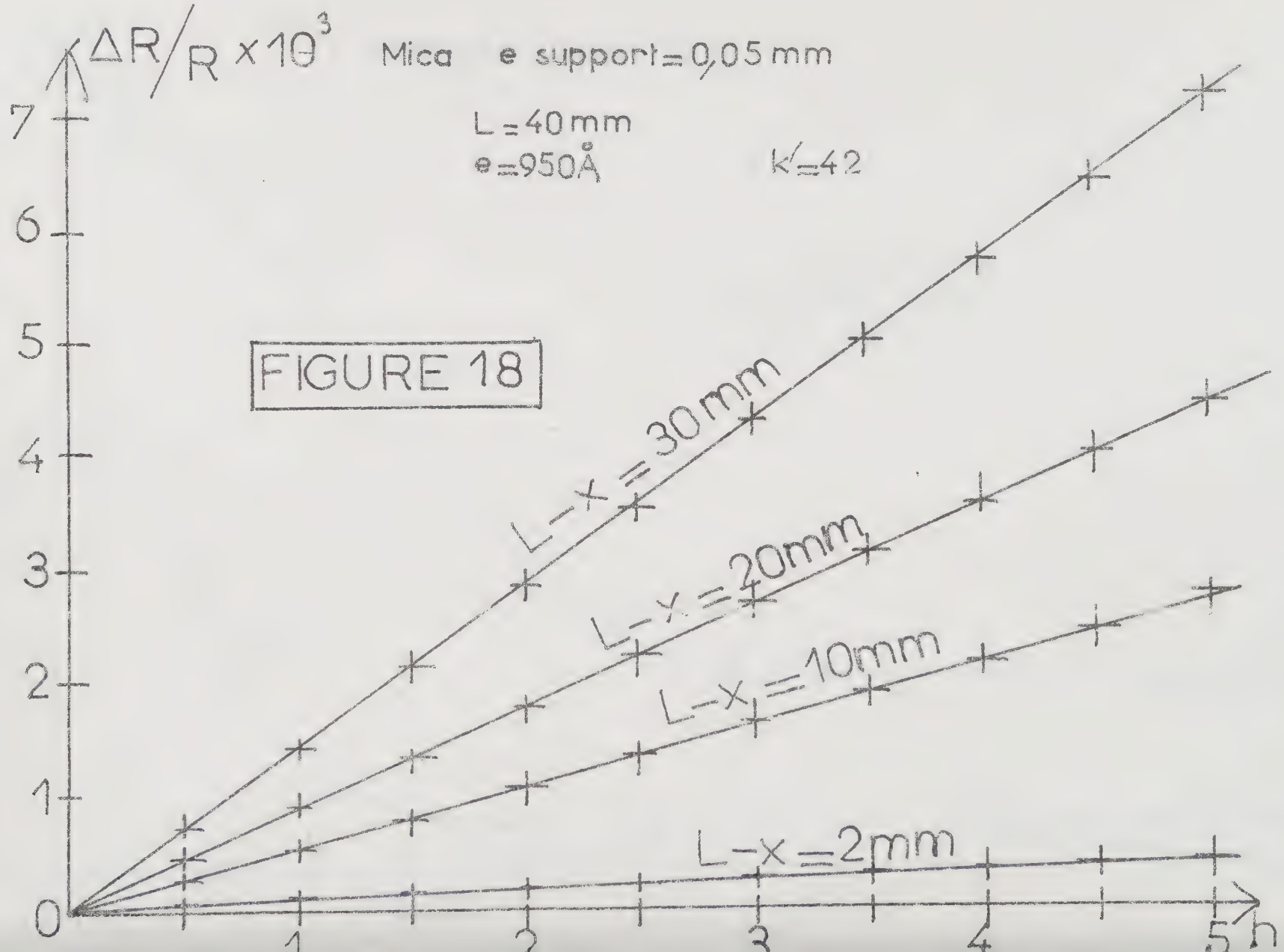
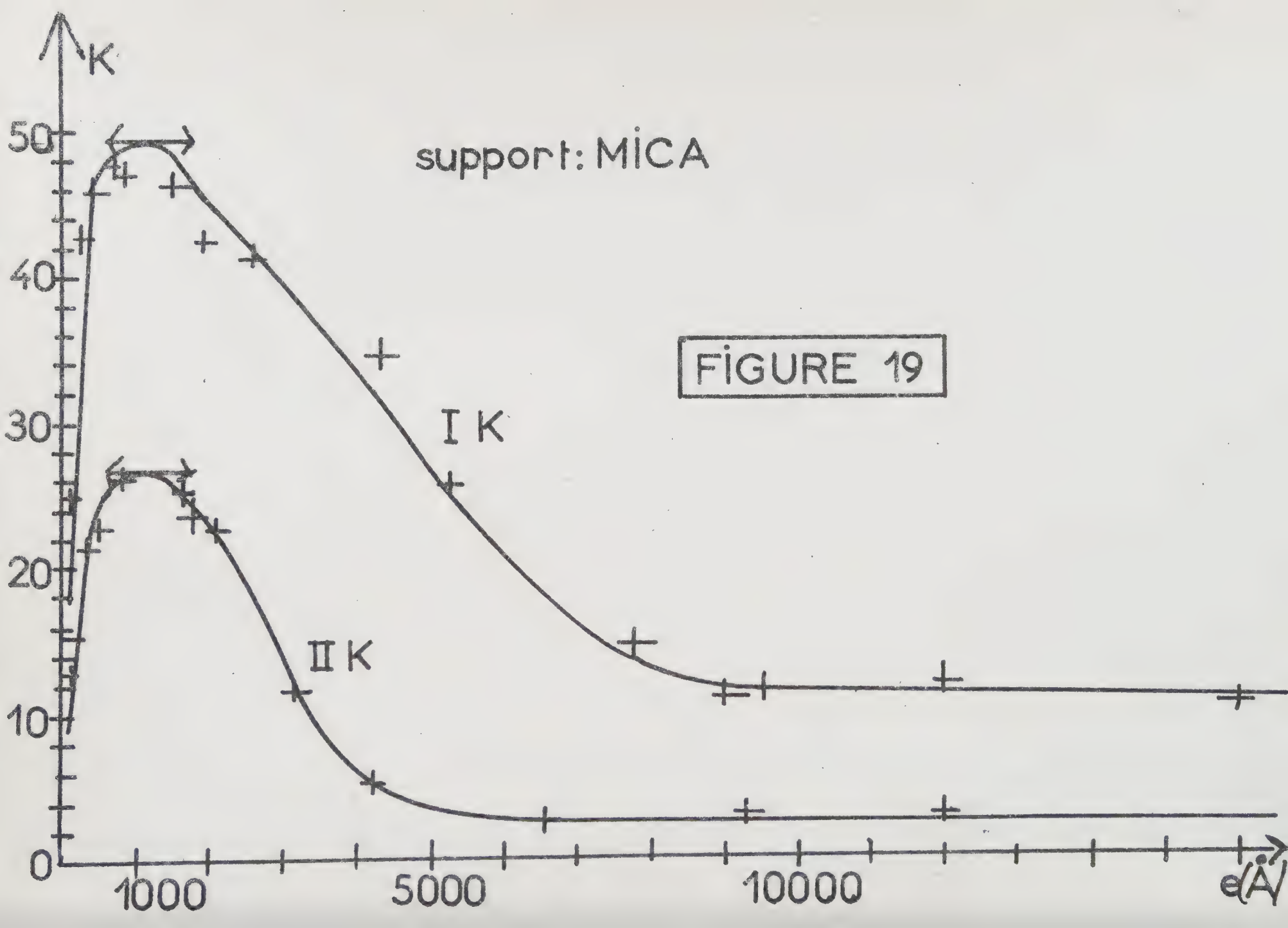

ΔR/R × 10³
Mica e support 0,05
L=40mm
L-x=10mm
1-800Å
2-540Å
3-380Å
4-150Å
5-90Å
1
2
3
4
5
0
1
2
3
4
5
h
mm

FIGURE 16


ΔR/R ×10³
MICA e=005 mm
L=40 mm
L-x=30 mm
1-1400Å
2-1800Å
3-2400Å
4-4200Å
5-5200Å
6-6100Å
7-7800Å
8-9200Å
9-13000Å
10-16000Å
FIGURE 17
h
mm


ΔR/R x 10³
Mica e support = 0,05 mm
L = 40 mm
e = 950 Å
k' = 42
FIGURE 18
L-x = 30 mm
L-x = 20 mm
L-x = 10 mm
L-x = 2 mm
0
1
2
3
4
5
6
7
h


K
50
40
30
20
10
0
support: MICA
FIGURE 19
I K
II K
1000
5000
10000
e(Å)

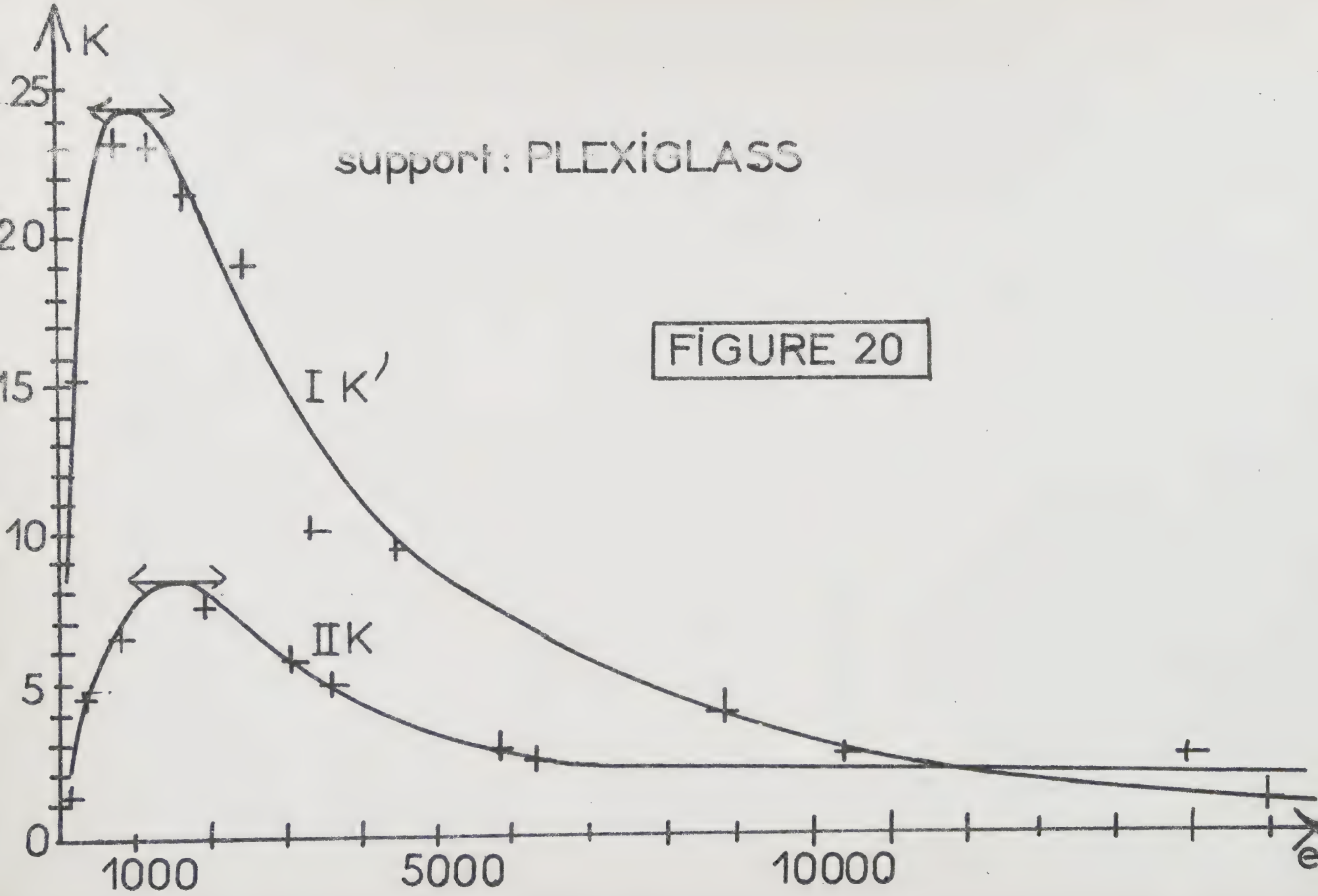


FİGURE 20

Les études ont porté sur des dépôts effectués sur mica et sur plexiglass en fonction de l'épaisseur. Sur ce dernier support, j'ai trouvé des résultats analogues à ceux obtenus précédemment par MM. THUREAU et LEMIERE (7) (12). Le coefficient k' transversal passe par un maximum, plus grand pour les couches de bismuth déposées sur mica (k' $\simeq$ 48) que pour celles déposées sur plexiglass (k' $\simeq$ 24). Dans les deux cas, ce maximum est plus elevé que pour le coefficient longitudinal. J'ai porté sur les figures 19 at 20 les deux coefficients, dépôts sur mica.(figure 19) et sur plexiglass (figure 20). Les résultats sur plexiglass pour les fortes épaisseurs font penser que k' continue à décroître et peut même devenir négatif (7). La région comprise entre 800 et 1 500 Å, est toujours celle du maximum.

II.I.3. RESULTATS AVEC LE BISMUTH RECUIT

Les mesures de la variation des coefficients k et k' avec l'épaisseur sont portées sur la figure 21. Les dépôts sur verre et sur mica donnent des courbes presque confondues. Le coefficient transversal maximum n'est pas changé, la courbe passant par les mêmes valeurs qu'avant recuit. Le coefficient longitudinal passe toujours par un maximum pour une épaisseur de 1 100 Å , mais celui-ci est plus faible. De plus, pour des épaisseurs supérieures à 2 000 Å k devient < 0 et tend vers une valeur asymptotique de l'ordre de - 10.

II.1.4. ORIENTATION DES DEPOTS

On sait que les dépôts de bismuth sont orientés (24). Des clichés de diffraction de rayons X effectués sur des lames de 1 000 Å et 3 000 Å d'épaisseur au laboratoire de Cristallographie, nous ont confirmé ces résultats. Les cristallites présentent, sur support amorphe (verre, quartz) comme sur support cristallin (mica), une orientation privilégiée, à savoir : l'axe ternaire du rhomboèdre est perpendiculaire à la surface. Cette orientation est cependant plus marquée sur le mica, ce qui peut expliquer les différences de valeurs observées sur mica et sur plexiglass.

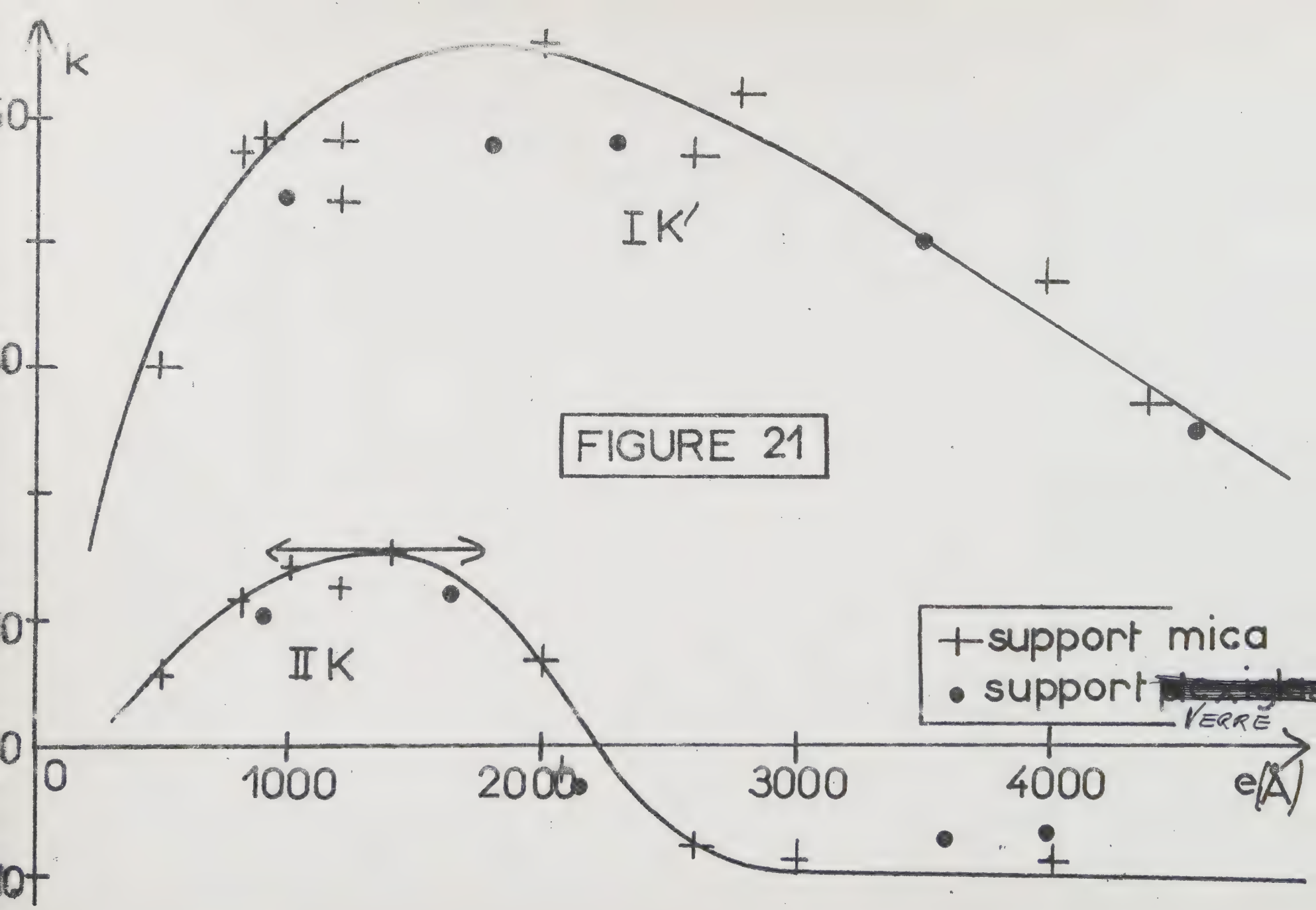


FIGURE 21

II.2. LE NICKEL

Ainsi que je l'ai indiqué dans le chapitre I, nous avons utilisé deux méthodes d'évaporation du nickel

- Les couches minces de nickel sont évaporées lentement à partir d'un filament de tungstène, sur lequel le métal a été déposé par électrolyse.

- Les couches sont évaporées rapidement à partir d'un creuset de tungstène.

Dans les deux cas, nous avons étudié l'influence des recuits sur les dépots. la résistivité est la même. Elle a été étudiée sur verre et sur mica et après recuit à 420°C (figure 22). Après cette opération, comme pour le bismuth, la résistivité est abaisséé.

II.2.1. METHODE D'EVAPORATION LENTE. RESULTATS EXTENSOMETRIQUES ET CRISTALLOGRAPHIQUES (10)

- Avant recuit, les coefficients k et k' sont faibles, ne présente pas d'extrémum, et sont positifs.

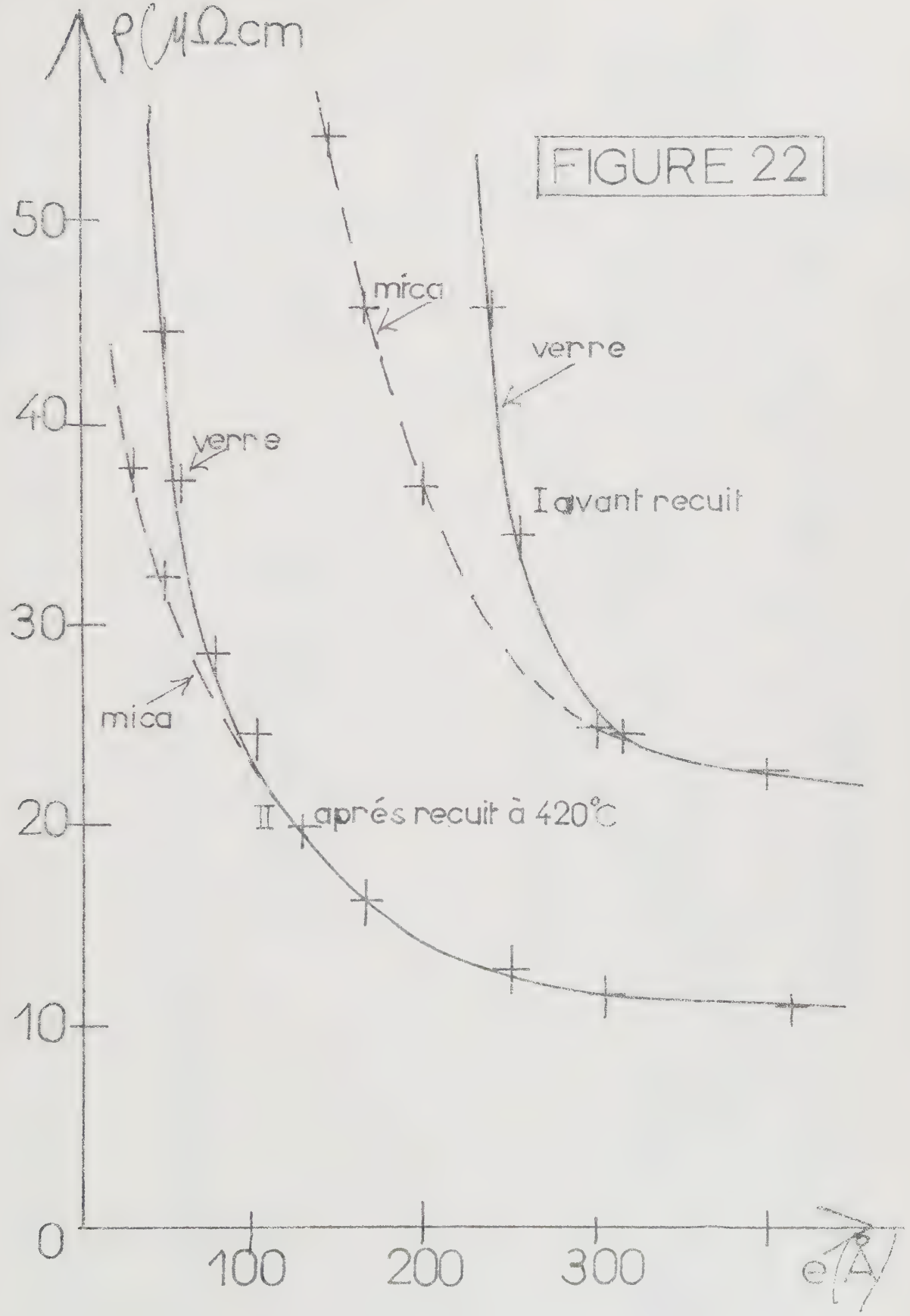
- Après recuit, l'allure des courbes, le signe et la valeur des coefficients changent complètement.

Le coefficient longitudinal (figure 23) positif aux fortes épaisseurs < 900 Å, est négatif pour les épaisseurs plus faibles et passe par un extrémum très net, pour des épaisseurs comprises entre 300 et 400 Å.

Le coefficient transversal (figure 24) reste positif et passe par un maximum pour la même région d'épaisseur.

Les résultats sur verre et mica sont identiques.

- Au point de vue cristallographique, avant recuit quelque soit le support, l'étude aux rayons X montre que ces films sont polycristallins non orientés : les diagrammes sont semblables à des diagrammes de poudre. Après recuit, les raies sont plus fines, et un peu plus intenses, ce qui correspond à une amélioration de la structure cristalline.


ρ(μΩcm
FIGURE 22
50
40
30
20
10
0
100
200
300
mica
verre
verre
mica
I avant recuit
II aprés recuit à 420°C

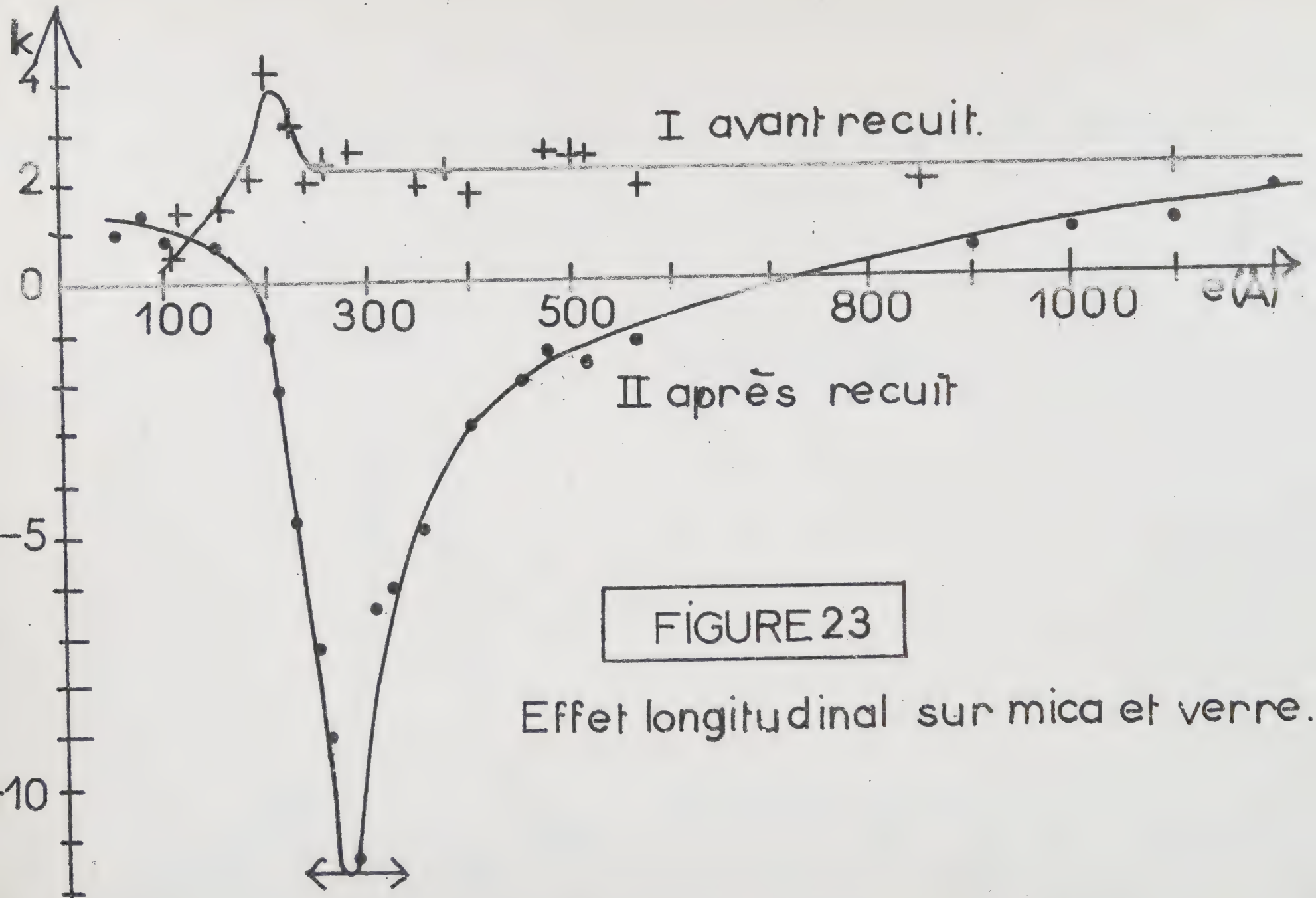
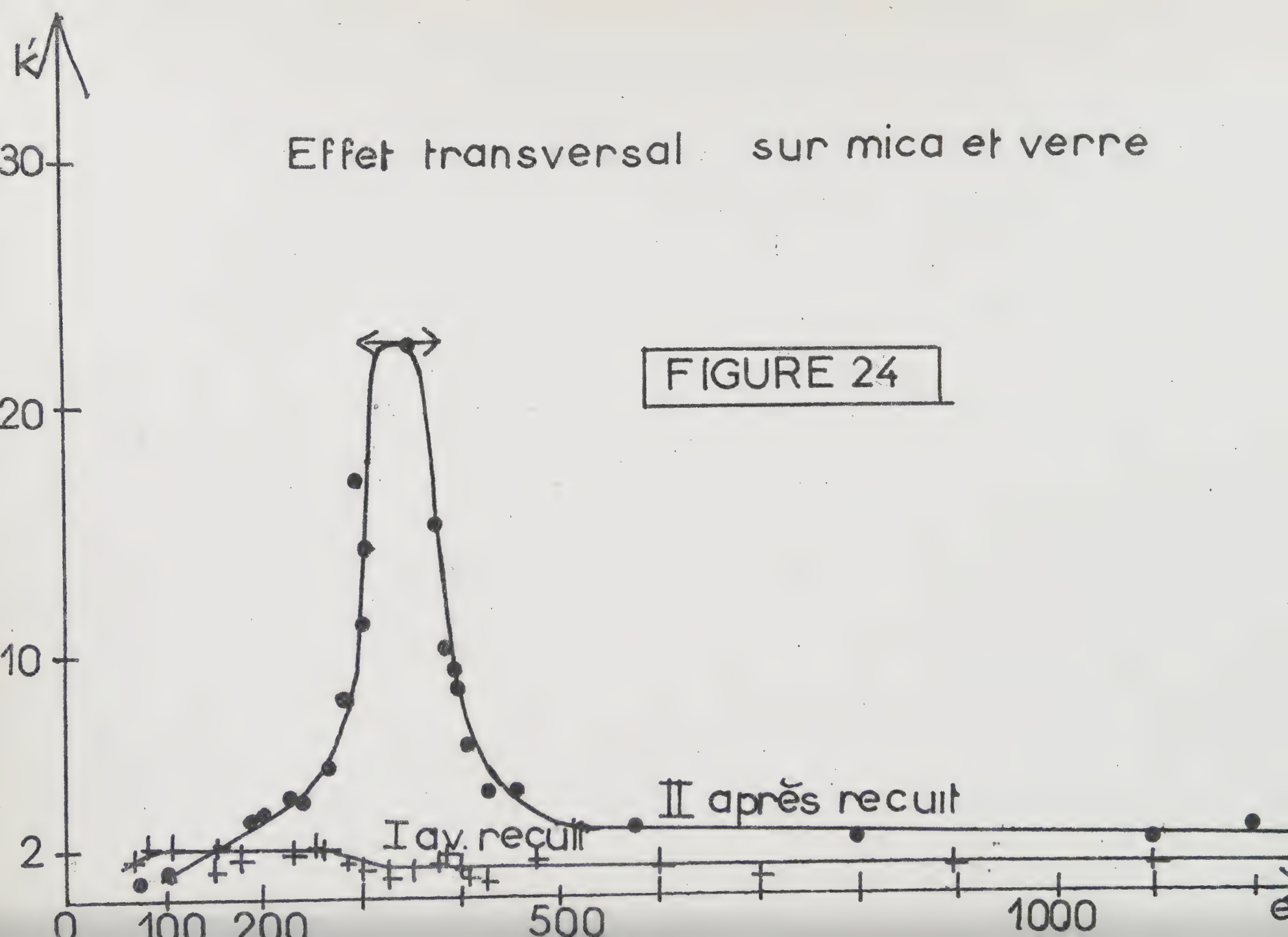


FIGURE 23

Effet longitudinal sur mica et verre.


Effet transversal sur mica et verre
FIGURE 24
k'
30
20
10
2
0
100
200
500
1000
II après recuit
I av. recuit

II.2.2. METHODE D'EVAPORATION RAPIDE. RESULTATS EXTENSOMETRIQUES ET CRISTALLOGRAPHIQUES.

Un phénomène de saturation est apparu dans ce cas : la variation relative de résistance électrique n'est plus proportionnelle à la flèche dès que cette dernière dépasse une certaine valeur (2,5 mm pour les supports de mica d'épaisseur 5/100e de mm, ou 0,25 mm pour des supports de verre d'épaisseur 1,5 mm, pour une longueur de 40 mm). Les coefficients k et k' sont donc calculés pour les parties linéaires des courbes (figure 25).

- Avant recuit, la courbe donnant en fonction de l'épaisseur les coefficients k et k' des deux effets sur verre et sur mica (fig. 26) passe par un extremum pour une épaisseur d'environ 400 Å. Le coefficient transversal, comme dans le cas de l'évaporation à faible vitesse après recuit, reste positif, le longitudinal étant comme dans le premier cas après recuit, négatif. Ces coefficients présentent dès avant recuit, un extrémum important ($k' \simeq 40$, $k \simeq -30$ sur mica), phénomène qu'on obtenait qu'après recuit lors des dépôts effectués par la première méthode d'évaporation.

- Après recuit, le phénomène n'est guère changé (fig. 27) si ce n'est un déplacement du maximum vers de plus grandes épaisseurs (850 à 900 Å).

- Les propriétés cristallographiques de ce dépôt sont les suivantes : sur verre, de nombreux cristaux sont encore orientés au hasard avant comme après recuit ; les raies DEBYE-SCHERER sont, à partir de la 3e, continues et homogènes. sur mica, l'orientation est très marquée, et le recuit apporte encore une amélioration. Il n'y a plus sur le diagramme que des segments de raies presque réduits aux dimensions des taches donnée par un cristal unique.

L'orientation préférentielle que présentent les cristaux correspond à une direction de leurs axes ternaires s'écartant peu de la normale au support.

Dans les deux études des couches de nickel, avant et après recuit, à l'aide des rayons X, les éléments étaient les suivants : le rayonnement utilisé était K_α du cuivre issu d'un monochromateur courbe : les lames placées au centre d'une chambre cylindrique de 240 mm de circonférence et 84 mm de hauteur, faisaient avec la direction moyenne du faisceau incident un angle de 20 °. Les raies correspondaient à celles du cristal cubique F de paramètre a_o =3,524 Å.

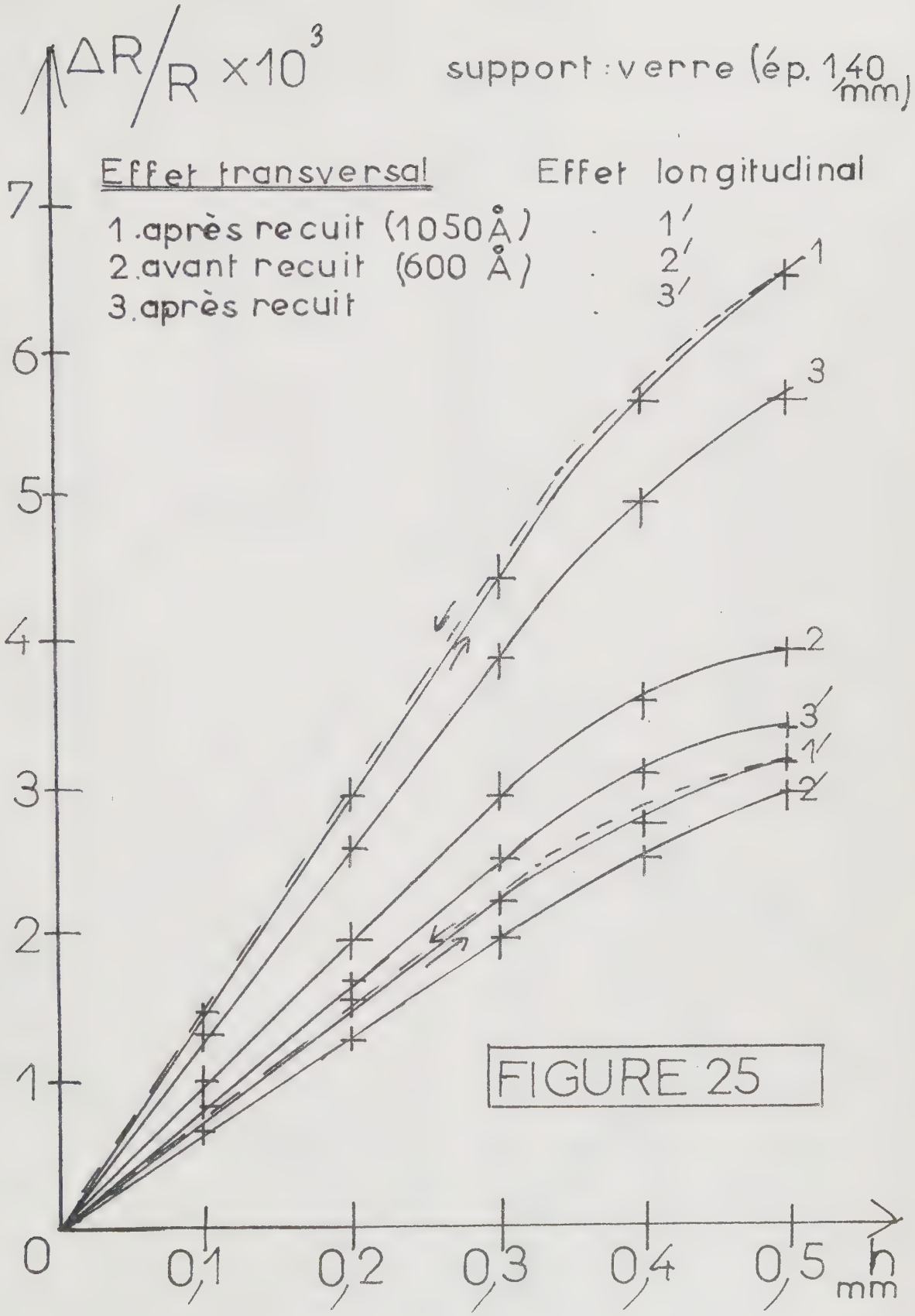

ΔR/R ×10³
support : verre (ép. 1,40 mm)
Effet transversal
Effet longitudinal
1. après recuit (1050 Å)
2. avant recuit (600 Å)
3. après recuit
1'
2'
3'
7
6
5
4
3
2
1
0
0,1
0,2
0,3
0,4
0,5
h
mm

FIGURE 25

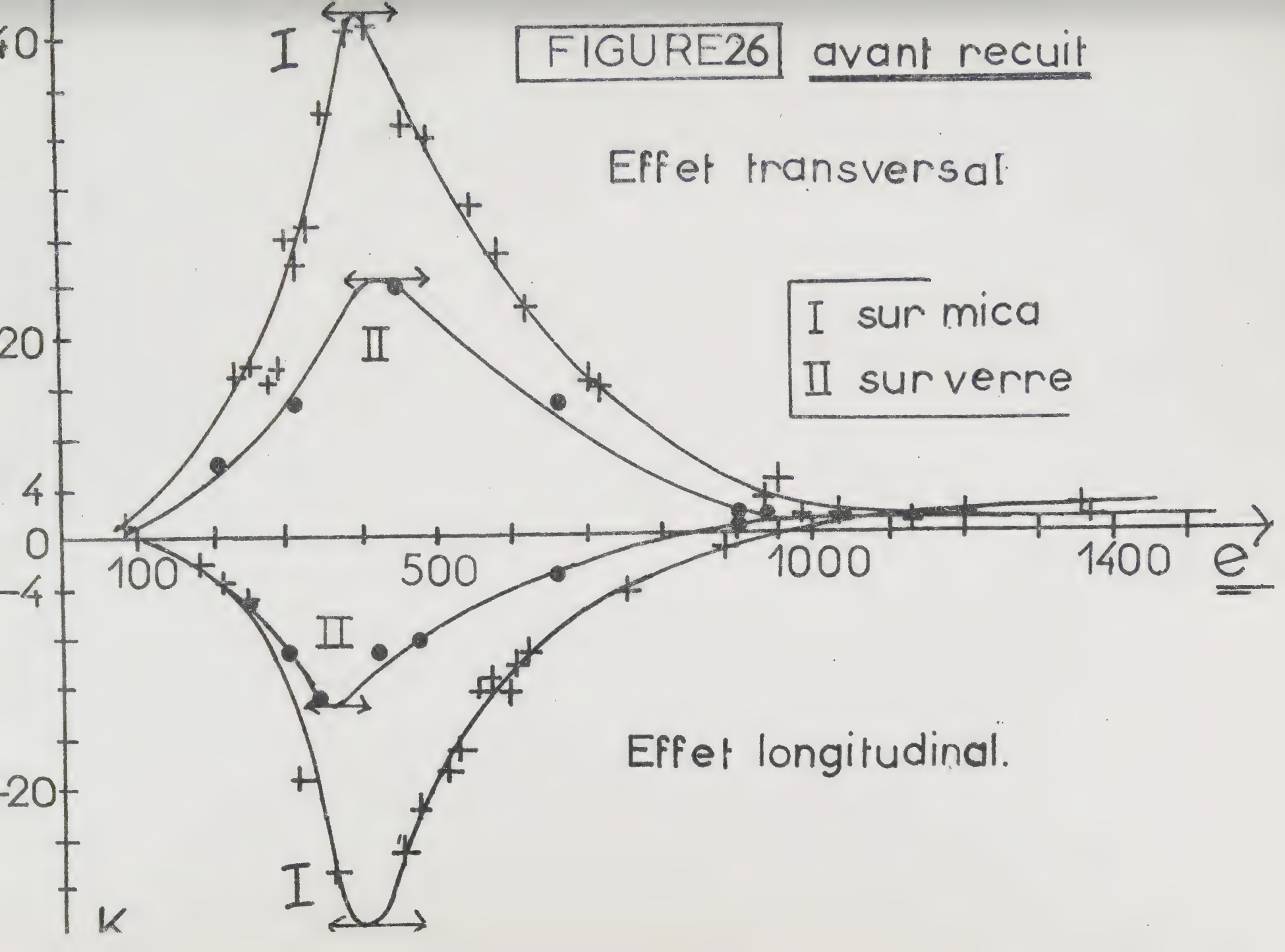


FIGURE26 avant recuit
Effet transversal
I sur mica
II sur verre
Effet longitudinal.
I
II
II
I
60
20
4
0
-4
-20
100
500
1000
1400
e
K

Le tableau reproduit dans un C.R. à l'Académie des Sciences, du 30.4.1962 (II) résume les résultats obtenus par l'analyse aux rayons X.

Les écarts observés entre les mesures sur verre et sur mica, s'expliquent par la texture moins parfaite des dépôts obtenus sur verre.

En conclusion, si les dépôts ne présentent aucune orientation privilégiée comme c'est le cas lorsque l'évaporation est lente, il n'y pa pas de maximum. Celui-ci apparaît après recuit, ce dernier provoquant un réarrangement cristallin.

Cependant dans le cas des couches obtenues par évaporation rapide et où les depôts ne sont plus orientés au hasard mais suivant une direction privilégiée (axe (1,1,1,) perpendiculaire à la surface), un extrémum très marqué apparaît, le recuit ne faisant que confirmer le phénomène.

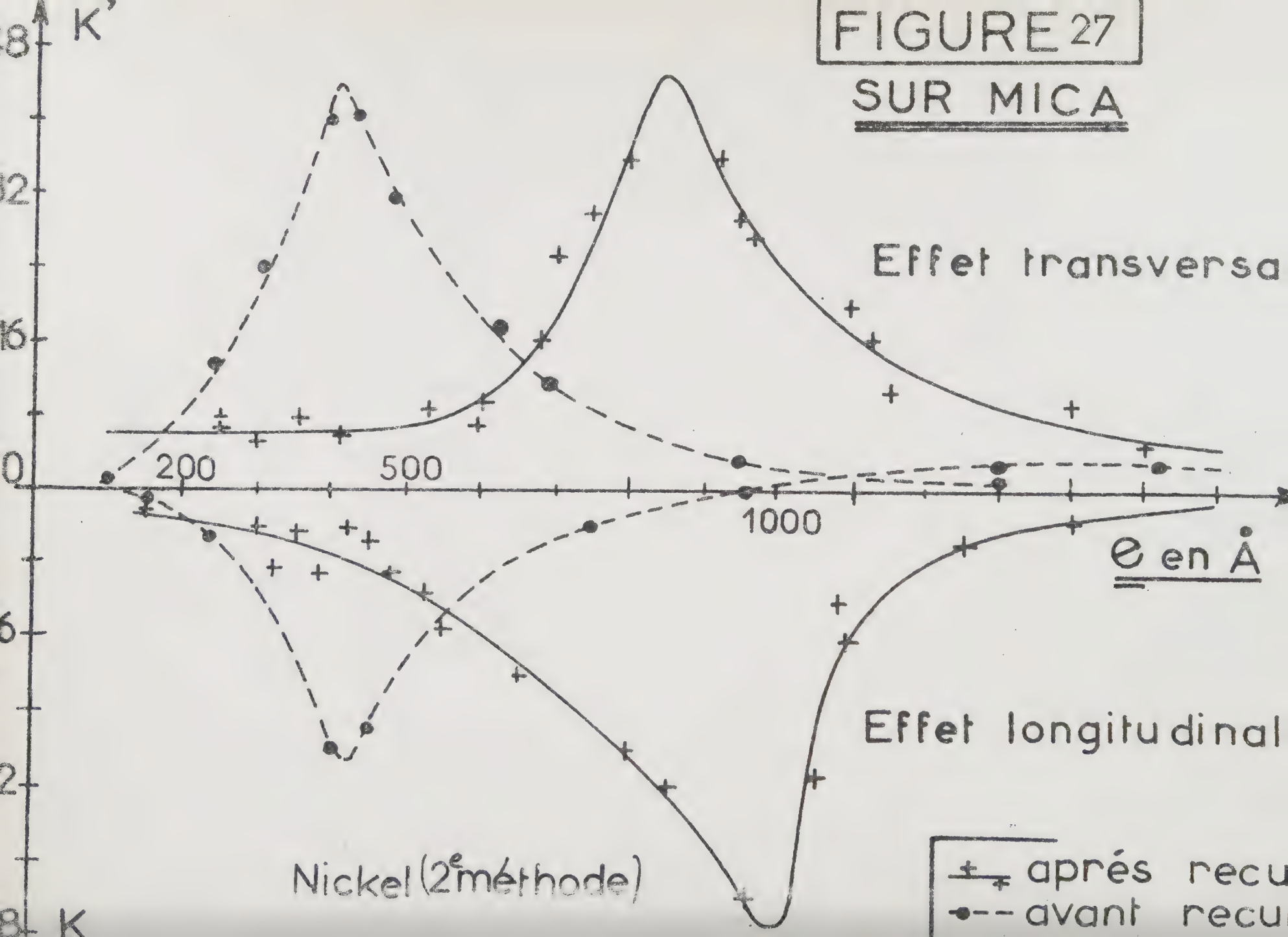


FIGURE 27
SUR MICA
K'
8
2
6
0
6
2
8
K
200
500
1000
e en Å
Effet transversa
Effet longitudinal
Nickel (2e méthode)
aprés recu
avant recu

II.3. L'ANTIMOINE

Nous n'avons étudié ces couches que déposées sur mica et avant recuit. La figure 28 donne la variation de résistivité de ces couches en fonction de l'épaisseur.

La variation des coefficients extensométriques avec ce paramètre est portée sur la figure 29 (I coefficient transversal, II coefficient longitudinal). J'ai observé un maximum pour une épaisseur de l'ordre de 150 Å. Comme dans le cas du bismuth, les dépôts d'antimoine présentent une orientation privilégiée, l'axe trigonal étant perpendiculaire à la surface du support.

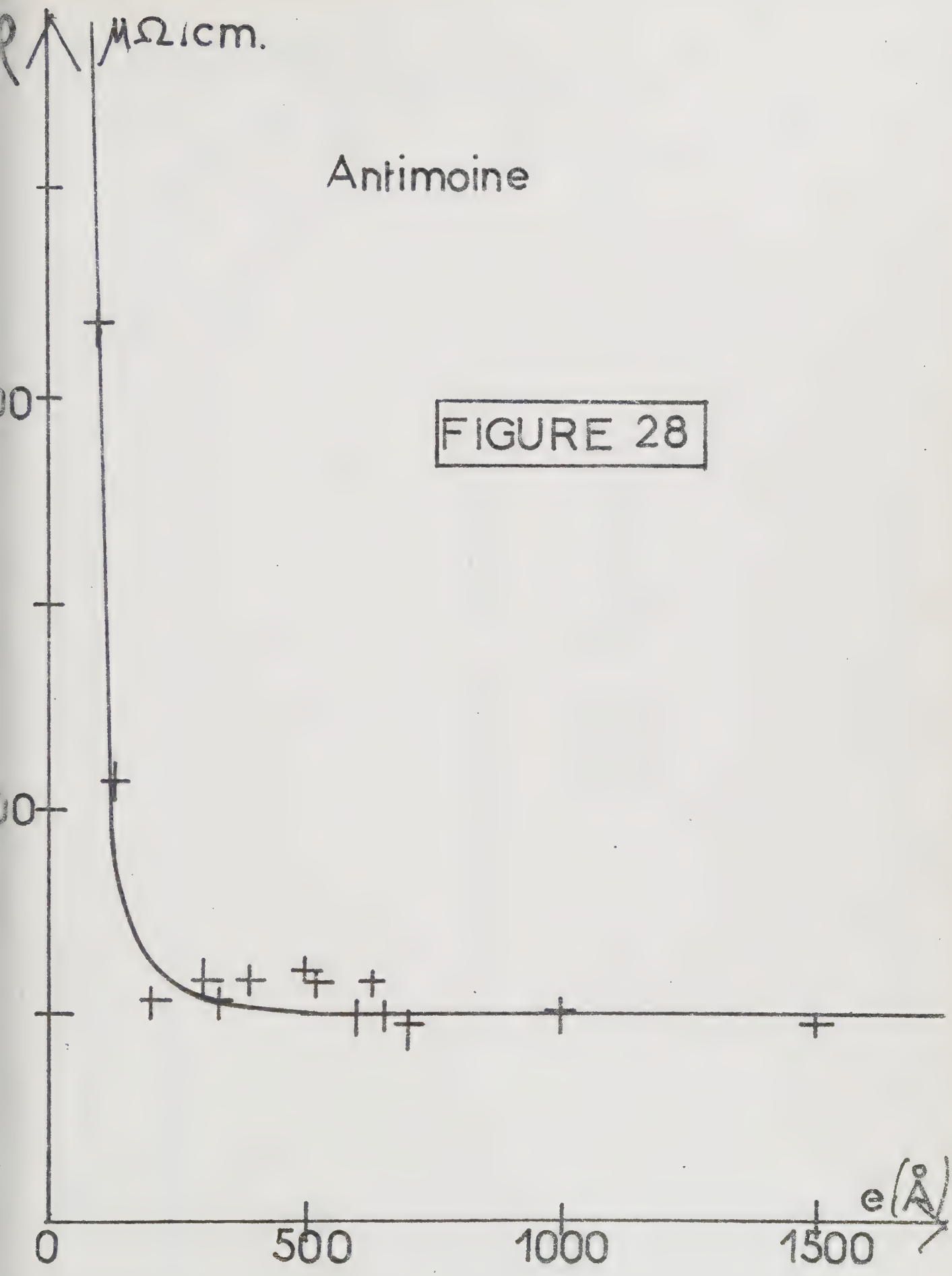


FIGURE 28

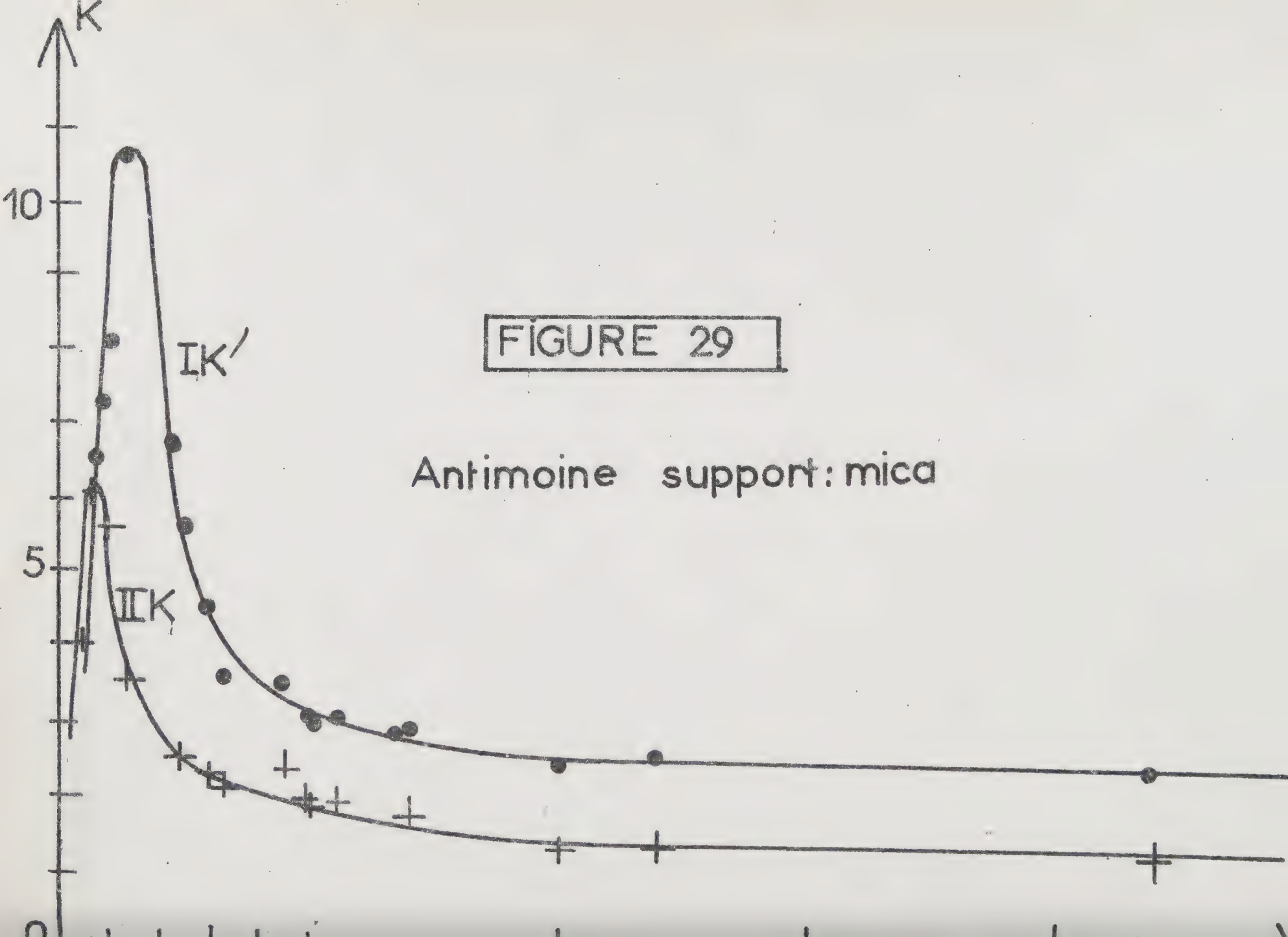


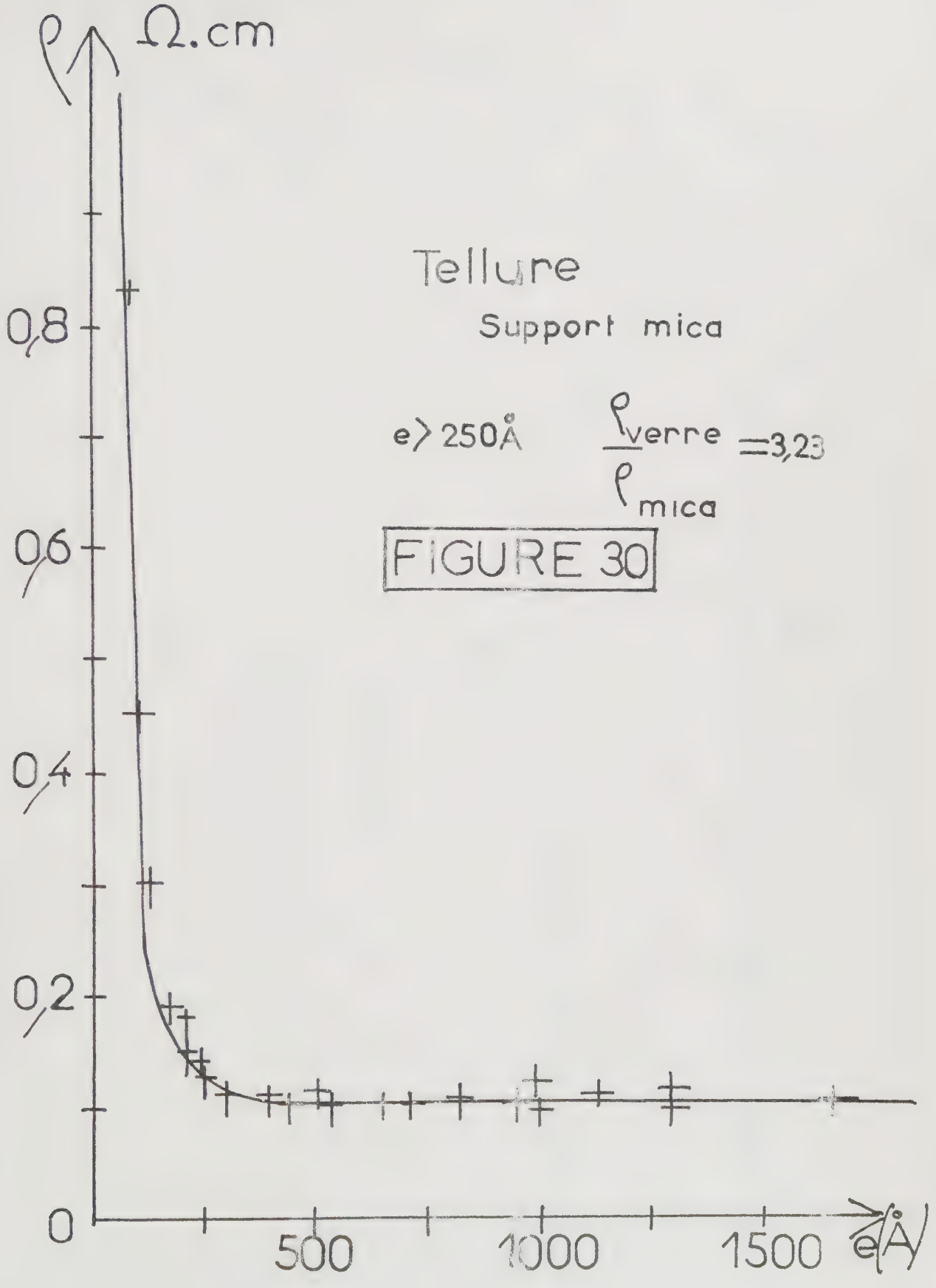
FIGURE 29

Antimoine support: mica

II. 4. LE TELLURE

Nous avons étudié les propriétés extensométriques des dépôts de tellure sur mica et sur quartz sans recuire ces dépôts. La résistivité en fonction de l'épaisseur est donnée sur la figure 30 pour des dépôts effectués sur mica. Le rapport des resistivités sur verre et sur mica est de l'ordre de 3,2 pour des épaisseurs supérieures à 250 Å. Les courbes de la figure 31 montrent la variation des coefficients extensométriques k et k' avec l'épaisseur, sur mica. Les résultats sont légèrement inférieurs avec le verre. On voit que l'épaisseur du dépôt jour un rôle peu important sur la valeur de ces coefficients. Les courbes présentent un léger maximum vers 1 000 Å. Ensuite les coefficients tendent vers une valeur égale à 14 pour le transversal, et à 19 pour le longitudinal.

L'analyse de ces couches de tellure aux rayons X a montré qu'elles ne présentaient qu'une légère orientation, les cristallites s'orientant en général au hasard.



Tellure

Support mica

e > 250Å $\frac{\rho_{verre}}{\rho_{mica}} = 3,23$

FIGURE 30

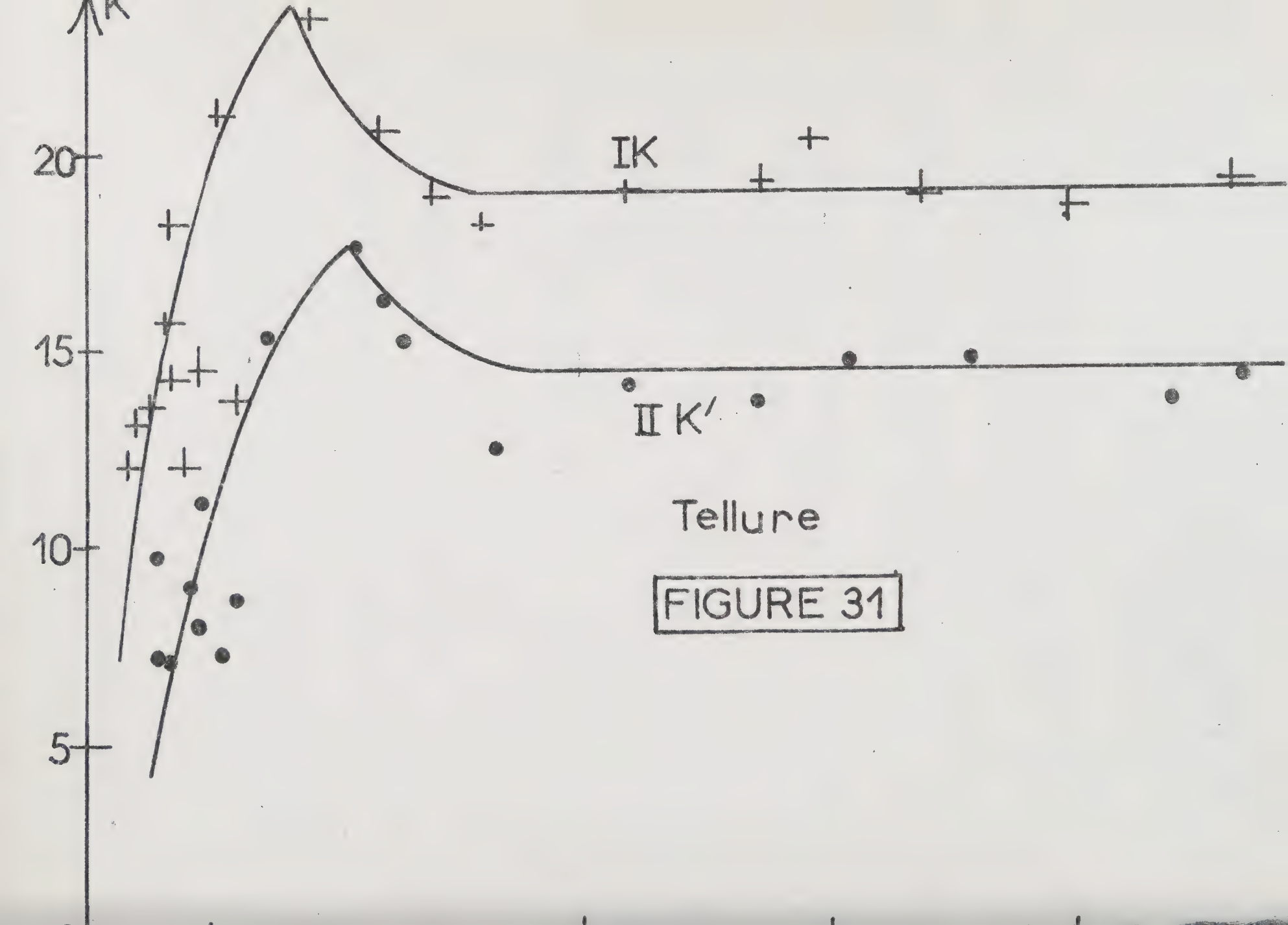


FIGURE 31

II.5. RESULTATS EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

L'étude des coefficients k et k' en fonction de l'épaisseur des couches minces de bismuth déposées sur mica, a été effectuée à 80°K, 193°K, 293°K et 480°K. Les résultats sont portés sur les figures 32 (transversal) et 33 (longitudinal).

1) un déplacement de l'épaisseur où se produit le maximum, celle-ci augmentant lorsque la température décroît.

2) une augmentation du maximum vers les basses températures.

Le tableau suivant résume ces résultats .

Température	80°K	193°K	293°K	480°K
k' Valeur maximum	97,5	71	48	24
Epaisseur où se produit ce maximum	2 650 Å	2 100 Å	1 150 Å	entre 1 000 et 1 400 Å.
k Valeur maximum	45	33	26	14
Epaisseur où se produit ce maximum	2 200 Å	1 500 Å	1 050 Å	900 Å

L'épaisseur où se produit le maximum n'est déterminée qu'à 5 %. Cependant, l'augmentation de cette épaisseur vers les basses températures est visible sur les figures 32 et 33.

Les résistances mesurées à ces températures, m'ont permis de déterminer la conductivité du bismuth en couches minces en fonction de la température, sur mica. Celle-ci est représentée sur la figure 34, pour des épaisseurs différentes.

Il est intéressant de comparer la variation de la conductibilité du bismuth en couches minces, et du bismuth massif en fonction de la température, courbes notées figure 35 (pour couches d'épaisseur supérieure à 1 100 Å). La conductibilité du métal massif augmente lorsque la température diminue, celle

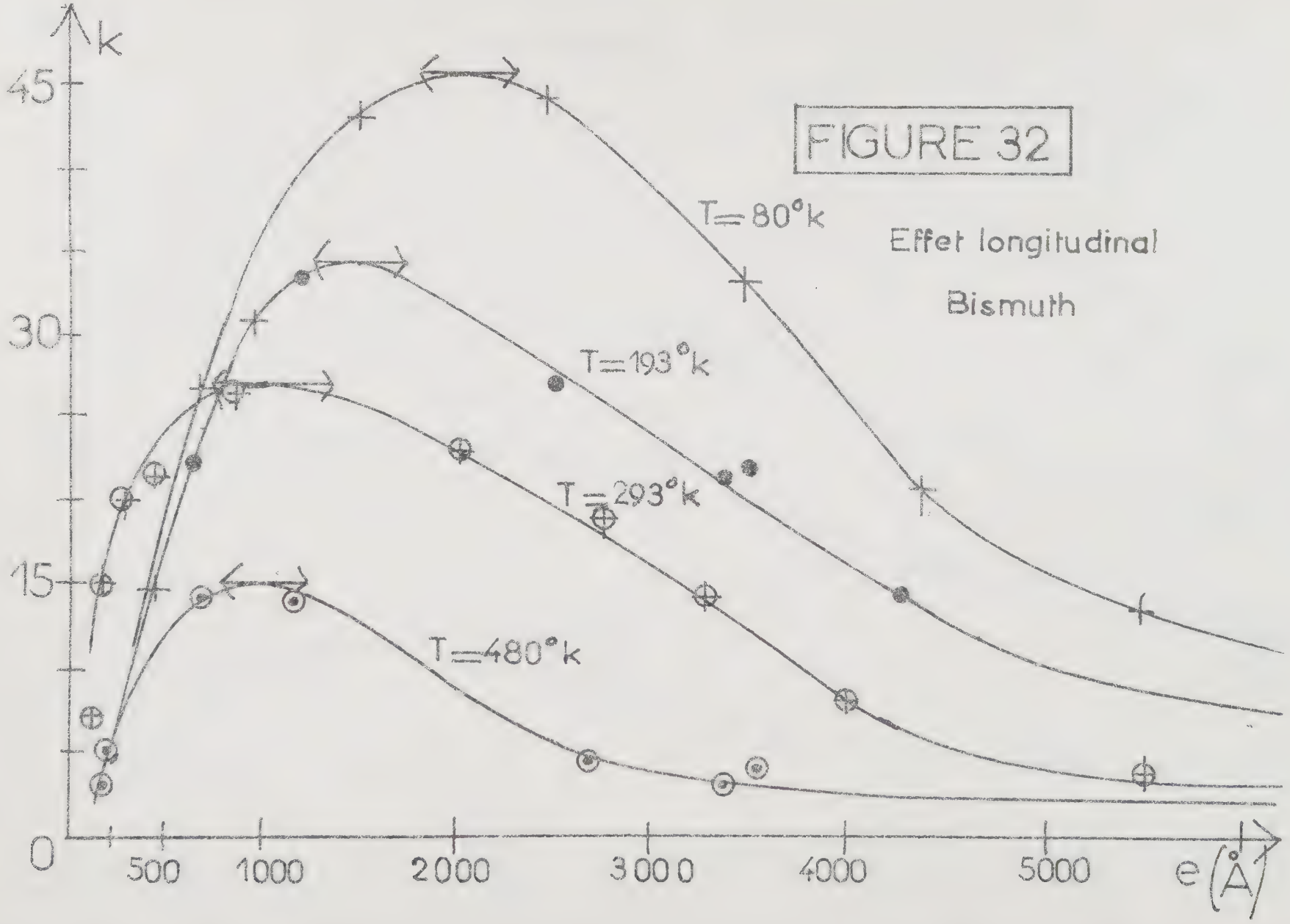


FIGURE 32
Effet longitudinal
Bismuth
k
45
30
15
0
T=80°k
T=193°k
T=293°k
T=480°k
500
1000
2000
3000
4000
5000
e (Å)

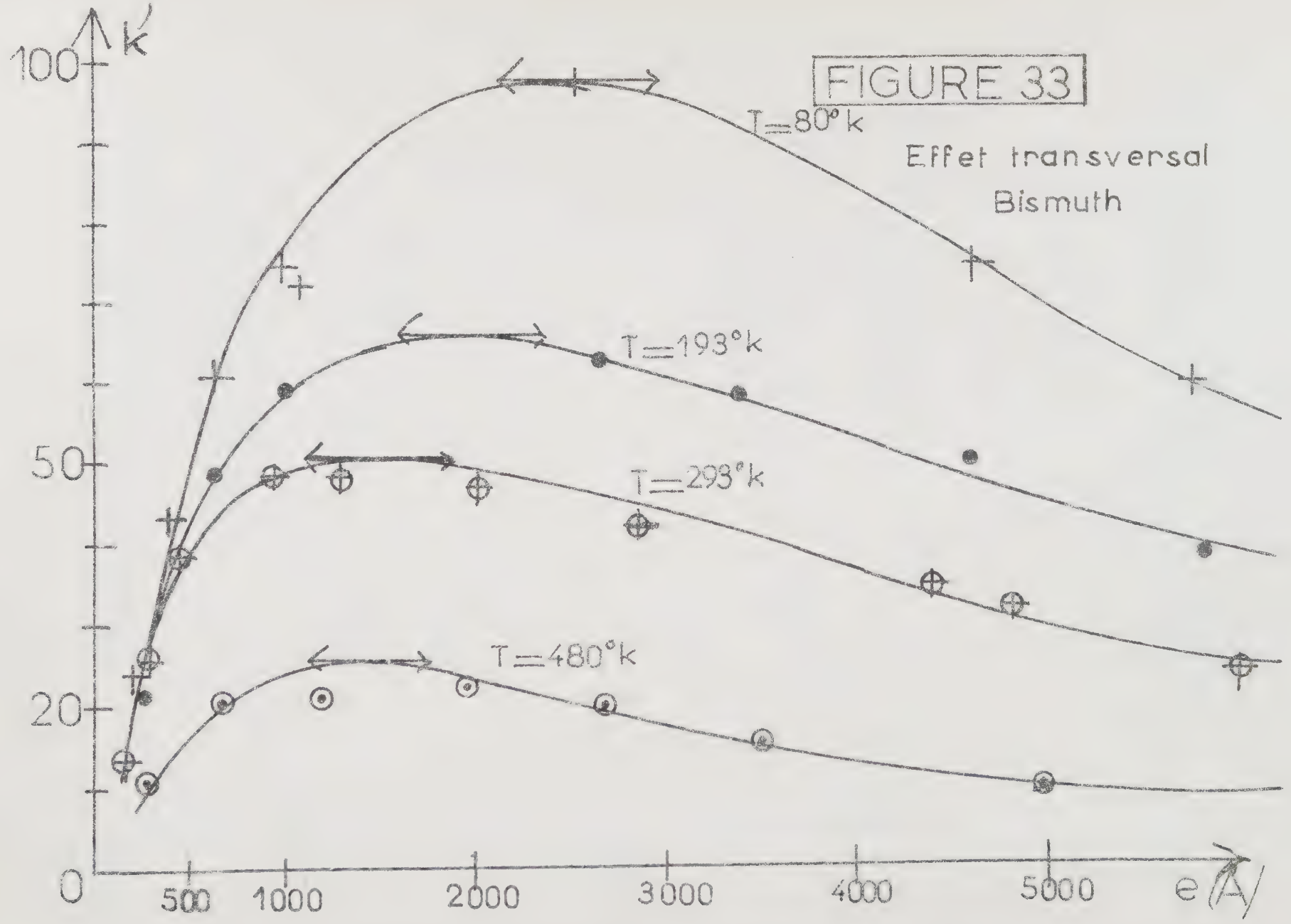


FIGURE 33
Effet transversal
Bismuth
T=80°k
T=193°k
T=293°k
T=480°k
100
50
20
0
k'
500
1000
2000
3000
4000
5000
e (Å)

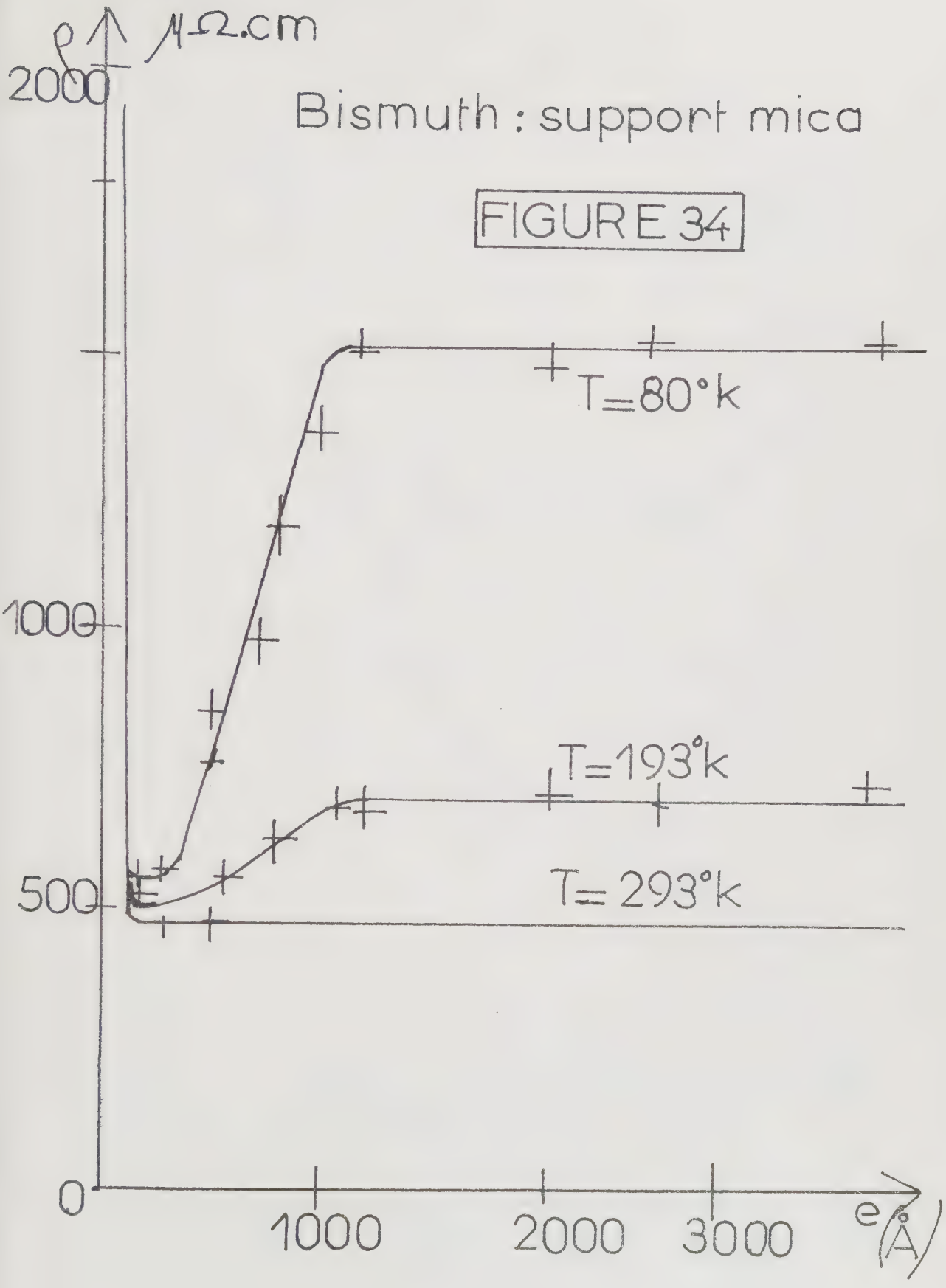
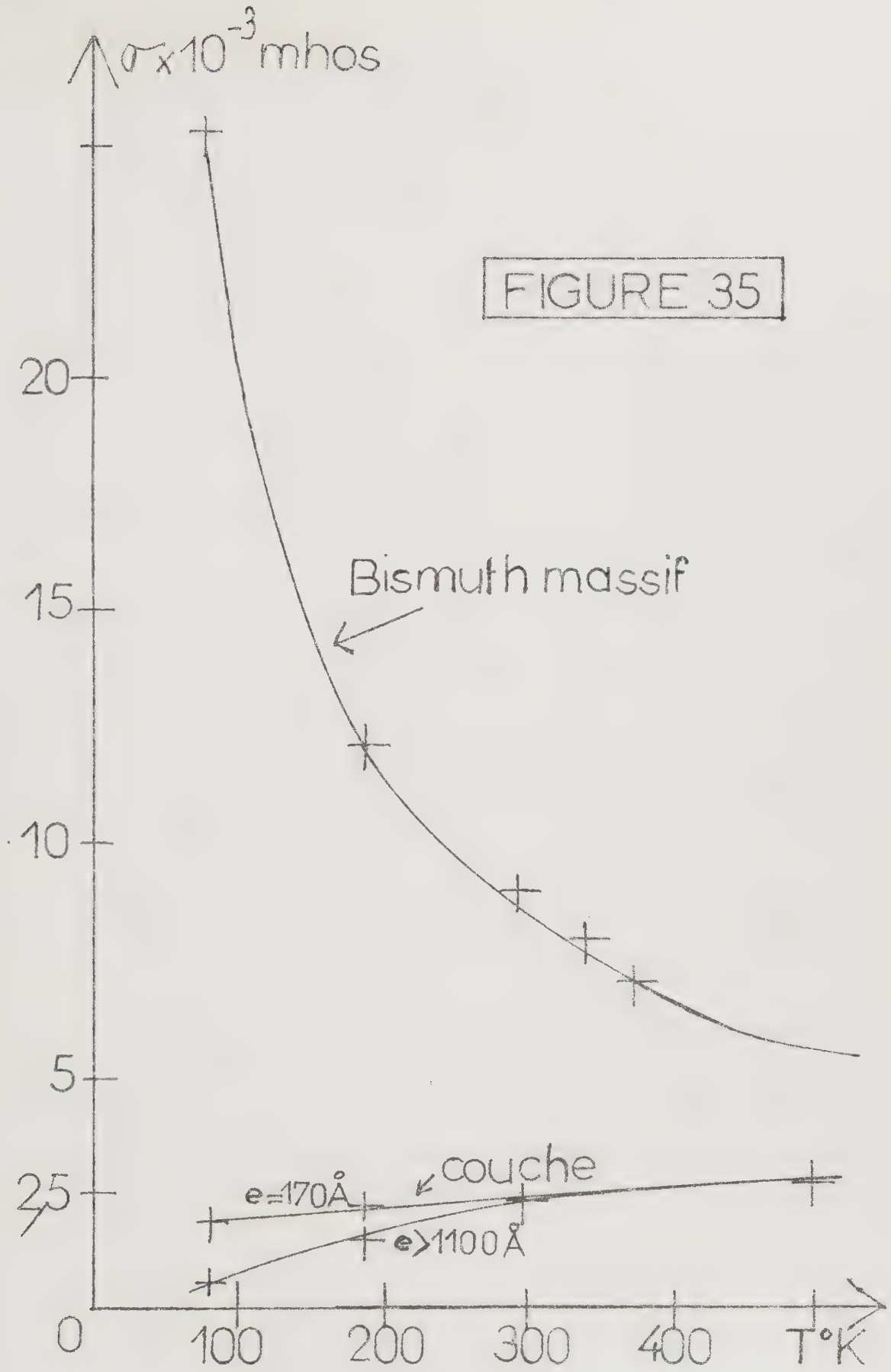

ρ μΩ.cm
2000
1000
500
0
Bismuth : support mica
T=80°k
T=193°k
T= 293°k
1000
2000
3000
e (Å)

FIGURE 34


σ x 10⁻³ mhos
FIGURE 35
20
15
10
5
25
Bismuth massif
couche
e=170Å
e>1100Å
0
100
200
300
400
T°K

des couches minces varie en sens inverse.

L'étude en fonction de T, sur support en quartz, n'a pas été faite systématiquement. Cependant pour deux lames de bismuth déposées sur ce support, j'ai obtenu les résultats suivants :

Epaisseur de la couche.	Température	k'	k
790 Å	80°K	32	- 12,5
	193°K	25	+ 3,2
	293°K	12	+ 4
2 100 Å	80°K	45,4	- 12,5
	193°K	33,5	+ 3,1
	293°K	17,8	+ 8,5

Le phénomène apparu sur mica pour l'effet transverse, semble se confirmer. Mais pour l'effet longitudinal, le coefficient diminue et devient négatif. La résistivité augmente, comme dans le cas des dépôts sur mica, dans les mêmes proportions.

$\frac{\rho_{80°K}}{\rho_{300°K}} \sim 3{,}10$ sur mica (à $e \sim 2\,100$ Å) $\qquad \frac{\rho_{80°K}}{\rho_{300°K}} \simeq 3$ sur quartz (à $e \simeq 2\,100$ Å)

Le phénomène est bien réversible, les résultats obtenus à la température ambiante, tant au point de vue conductivité qu'au point de vue coefficients extensométriques, se retrouvent après passage aux faibles températures.

Quelques mesures effectuées sur plexiglass dans l'air liquide, ont confirmé, pour l'ordre de grandeur des coefficients, les mesures sur mica.

II.6. CONCLUSION

Lorsque les dépôts sont orientés, l'étude de la variation des coefficients k et k' avec l'épaisseur, fait apparaître un extrémum bien marqué. C'est en effet le cas avec le bisumth (axe (1,1,1) perpendiculaire au support), avec le nickel évaporé rapidement (axe (1,1,1) perpendiculaire au support), avec l'antimoine.

Au contraire, cet extrémum n'existe pas lorsque les dépôts sont orientés au hasard (tellure, nickel évaporé lentement). Le support intervient dans la valeur de ce maximum, les dépôts présentant une orientation mieux marquée sur mica que sur support amorphe.

L'étude des couches de bismuth à différentes températures montre que la conductivité de ces dépôts augmente avec ce paramètre contrairement à celle du métal massif. Les coefficients extensométriques passent par les maxima plus élevés lorsque la température est plus basse, l'épaisseur où ils se produisent étant également augmentée. Nous allons maintenant essayer d'interpréter ces phénomènes à partir des connaissances que l'on possède dans le domaine des lames métalliques minces.

CHAPITRE III .

III.1. LA CONDUCTIVITE DES COUCHES METALLIQUES MINCES .

Elle a été donnée par les travaux de SONDHEIMER (22). Dans un métal massif la conductivité est égale à :

$$\sigma = \frac{n e^2 l}{m^* v}$$

e : charge de l'électron

m^* : masse effective de l'électron

v : vitesse d'un électron à la surface de FERMI

l : libre parcours moyen des électrons

n : nombre des électrons libres par unité de volume.

On voit donc que la conductivité est fonction de n et l. Ce dernier est en général de l'ordre de grandeur de plusieurs centaines de distances intératomiques à la température ordinaire, et croît rapidement dans un métal pur lorsque la température décroît.

Le libre parcours moyen des électrons dans les métaux à la température ambiante est de l'ordre de 10^{-5} cm ou moins. Mais dans un métal pur les hautes valeurs de la conductivité à la température de l'hélium liquide indiquent qu'il peut alors être d'environ 10^{-2}cm. Dans le cas du bismuth massif il est même de l'ordre du millimètre à cette température (25).

Quant au nombre de porteurs, il varie aussi avec la température. Pour le bismuth massif, il passe de $0{,}48.10^{18}$ électrons/cm^3 à T = 80°K à $2{,}2.10^{18}$ électrons/cm^3 à $T \simeq 300$°K.

Dans une couche mince, en faisant varier l'épaisseur, on peut s'arranger pour que le libre parcours moyen devienne équivalent à l'épaisseur de la lame ($l \simeq e$), ou que ce paramètre soit très inférieur à l. La limitation artificielle de l, par les limites dues aux surfaces du film, provoque un accroissement de la résistivité ρ pour les faibles épaisseurs, par rapport à celle du métal massif. Un point primordial dans tous les calculs que l'on peut avoir à effectuer sur les couches minces est le suivant : les variations avec la température des facteurs tels que l et n, seront-elles les mêmes que dans le métal massif, et d'autre part à la température ambiante, le libre parcours moyen dans la

lame est-il identique à celui dans le métal (l'épaisseur étant évidemment supérieure à ce libre parcours moyen) Et enfin ne peut-il y avoir une limitation de la conductivité par d'autres processus tels que l'effet tunnel ou émission thermoïonique entre ilôts de métal voisins ?

Dans le cas du nickel, MOTT et JONES (26) donnent pour le massif $\lambda = 133$ Å à 273 °K avec 0,6 électron de conduction par atome. CRITTENDEN et OFFMANN obtiennent $l \simeq 440$ Å à 293 °K pour les couches minces de nickel (26) Ils attribuent cette grande valeur de l aux restrictions imposées par les conditions aux limites (surface) à la composante de la quantité de mouvement de l'électron perpendiculaire au plan du film. Cependant par la suite nous garderons un libre parcours moyen constant pour le métal considéré.

Le calcul de la conductivité dans un métal massif s'effectue à partir de l'équation de BOLTZMANN.

La densité de courant s'exprime par :

$$J = -2e\left(\frac{m^*}{h}\right)^3 \int v.f.\, dv$$

f : fonction de distribution de FERMI-DIRAC.

$$dv = dv_x\, dv_y\, dv_z$$

L'équation de BOLTZMANN dans le cas le plus général s'écrit : (cas de l'approximation linéaire où $f - f_o = A \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)$)

τ : temps de relaxation, fonction de la viresse avec $l = v\tau$)

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \vec{\nabla}_r f.\frac{\hbar \vec{k}}{m} + \vec{\nabla}_k f \frac{\vec{F}}{\hbar} = -\frac{f - f_o}{\tau}$$

F : force appliquée aux porteurs, et $\hbar\vec{k} = m\vec{v}$

Dans le cas où la force appliquée est un champ électrique E, on obtient (équation de BOLTZMANN pour la conductivité) :

$$\vec{\nabla}_k f\left(\frac{-e\vec{E}}{\hbar}\right) = -\left(\frac{f - f_o}{\tau}\right)$$

E : champ électrique continu, uniforme, indépendant du temps (pas de gradient par rapport aux coordonnées d'espace et de temps).

Dans une couche métallique d'épaisseur a, le problème est à deux dimensions. La fonction de distribution peut être écrite :

$$f(v, r) = f_o + f_1(v, r)$$

où f_o est la fonction de distribution à l'équilibre dans le métal massif,

c'est-à-dire (statistique de FERMI-DIRAC pour les électrons) :

$$f_o = \frac{1}{1 + \exp \frac{E - E_F}{K\,T}}$$

et où f_1 (v, r) est le terme correspondant au changement de la fonction f depuis l'équilibre.

Dans une couche mince, à température constante, dont le plan est perpendiculaire à la direction $\overrightarrow{Oz}$, avec un champ électrique $\overrightarrow{E}$ (E,0,0) dans la direction $\overrightarrow{Ox}$, f(v,r) ne dépend de r que par les conditions aux limites dans la direction $\overrightarrow{O\,Z}$: x et y n'interviennent pas explicitement.

On a donc :

$$\overrightarrow{F} = - e \overrightarrow{E} \quad (- e E, 0, 0)$$

Si on suppose le changement de la fonction de distribution petit, en passant au gradient par rapport aux coordonnées de vitesse, l'équation de BOLTZMANN devient :

$$v_z \frac{\partial f_1}{\partial z} + \frac{f_1}{\tau} = \frac{e\,E}{m^*} \frac{\partial f_o}{\partial v_x}$$

La solution générale de cette équation s'écrit :

$$f_1 (v, z) = \frac{e\,\tau\,E}{m^*} \frac{\partial f_o}{\partial v_x} \left[1 + F (v) \exp \left(- \frac{z}{\tau\, v_z}\right)\right]$$

où F(v) est une fonction arbitraire de v, déterminée par les conditions aux limites aux surfaces de la couche à z = 0 et z = a.

On suppose que chaque libre parcours est terminé par une collision à la surface, et que la diffusion est diffuse à la surface du film. La fonction de distribution des électrons qui repartent de la surface est la fonction de distribution non perturbée f_o. Cela signifie que f_1 (v, 0) = 0 pour toute composante suivant Oz de la vitesse ($v_z > 0$). De même f_1 (v,a) = 0 pour v tel que $v_z < 0$.

Le reste du calcul se fait en remplaçant dans l'expression de J, la fonction f par $f_o + f_1$ (v, z) et en passant en coordonnées polaires dans l'espace des vitesses (v, θ , φ). Les détails de ce calcul sont trop longs pour être reproduits ici. SONDHEIMER obtient pour une couche d'épaisseur a :

$$\frac{\rho}{\rho_o} = \frac{\varphi(k)}{k} \quad \text{où} \quad k = \frac{a}{l}$$

ρ : résistivité de la couche

ρ_0 : résistivité du métal massif.

et avec

$$\frac{1}{\varphi(k)} = \frac{1}{k} - \frac{3}{8k^2} + \frac{3}{2k^2}\int_1^\infty \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5}\right) e^{-kt}\, dt$$

Les deux cas limites simples sont :

films épais : $k \gg 1$

$$\frac{\sigma_0}{\sigma} = 1 + \frac{3}{8k}$$

films très minces : $k \ll 1$

$$\frac{\sigma_0}{\sigma} = \frac{4}{3}\,\frac{1/k}{\text{Log } 1/k}$$

Beaucoup d'auteurs considèrent ce modèle comme une description réaliste, commode, de la situation réelle dans le plupart des métaux. Mais le bismuth est sans aucun doute une exception, comme le montre les travaux de FRIEDMAN et KOENIG (28) Il faut alors envisager des calculs pour le cas où la diffusion n'est pas entièrement diffuse. Le plus simple est d'admettre d'une fraction p d'électrons est réfléchie à la surface avec une composante de vitesse suivant Oz égale à $- v_z$, tandis que le reste soit 1 - p électrons est soumis à une diffusion diffuse avec perte de vitesse. p est supposé être une constante indépendante de la direction du mouvement des électrons. Ce modèle est assez artificiel mais il est suffisant pour expliquer les résultats expérimentaux trouvés.

Dans la limite des films épais, on a :

$$\frac{\rho}{\rho_0} = 1 + \frac{3}{8k}(1 - p) \qquad (k \gg 1)$$

et si $k \ll 1$:

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \frac{4}{3}\,\frac{1 - p}{1 + p}\,\frac{1/k}{\text{Log } 1/k}$$

Des formules relativement simples sont donc obtenues pour les couches épaisses ou très minces si l'on compare leur épaisseur avec le libre parcours moyen.

Dans le cas où l'épaisseur est grande par rapport à l, on se rapproche du cas massif, sauf peut-être près de la surface du film.

Dans le cas où l'épaisseur est petite vis à vis du libre parcours moyen des porteurs dans le métal massif, c'est elle qui fixe ce paramètre dans la couche. La conductivité diminue du fait de la diminution du libre parcours effectif.

Les courbes obtenues dans le chapitre II, pour la résistivité de différents corps étudiés : bismuth, nickel, antimoine et tellure, sont en accord avec les formules obtenues, la variation étant très rapide pour les faibles épaisseur ($k \ll 1$) et presque nulle pour les grandes épaisseur ($k \gg 1$) ceci à la température ambiante.

La résistivité du bismuth avant recuit tend vers une valeur différente de celle du massif. Ceci est un phénomène général. RAMAZANOV (29) l'explique en admettant que même sous très haut vide, il y a encore des gaz présents dans la chambre d'évaporation. Les molécules gazeuses étrangères déposées alors sur le film métallique distordent le réseau. Aprés recuit, la limite de ρ est bien la valeur donnée pour le bismuth massif soit : $140.10^{-6} \Omega.cm$.

III.2. VARIATION DES COEFFICIENTS EXTENSOMETRIQUES AVEC L'EPAISSEUR .

Le mécanisme de la conduction électrique des couches métalliques minces formées par l'évaporation sous vide, a déjà fait l'objet de nombreux travaux concernant leur interprétation. On peut considérer ces couches comme formées par un déploiement de nombreux petits îlôts de métal séparés (30) (32) (33) Le coefficient négatif de la variation de résistance avec la température a suggéré à divers auteurs que l'un des mécanismes de la conduction est l'effet thermoïonique. Dans l'émission thermoïonique le courant dépend exponentiellement de la hauteur de la barrière de potentiel entre îlôts voisins. Il est apparu cependant qu'un second effet se superpose à ce dernier : la conduction peut se faire par effet tunnel entre grains de métal. Dans cet effet, le courant dépend d'une façon beaucoup plus sensible de la distance séparant les ilôts. On ne peut savoir exactement lequel de ces deux effets l'emporte. Les explications des mécanismes par le seul effet tunnel sont mises en échec par la variation de la conductivité avec la température, variation qui peut être très importante. NEUGEBAUER (30), pense que ces deux phénomènes contribuent au courant électronique dans les couches minces.

A partir de ces explications, plusieurs formules ont été données pour la variation de la résistance de couches minces avec la température. Celle-ci est de la forme :

$$R = A\, T^{-n} \exp \frac{\chi}{kT}$$

Si la couche est formée d'agrégats séparés, suivant le modèle ci-dessus, Mme DARMOIS (31) a supposé l'existence d'un gaz électronique a deux dimensions entre ces agrégats (faibles épaisseurs). Elle obtient ainsi des résistances de la forme $aT^{-1} \exp \frac{\chi}{kT}$ pour ces couches.

χ est ici le travail de sortie des électrons.

Nous aurons alors pour la variation de la conductivité avec la température une loi de la forme suivante :

$$\sigma = b\, T \exp - \frac{\chi}{k\, T}$$

Il nous a semblé intéressant de tracer les courbes :

$\text{Log}\sigma - \text{Log } T$ en fonction de $\frac{1}{T}$ (figure 36)

On a donc d'après la formule ci-dessus :

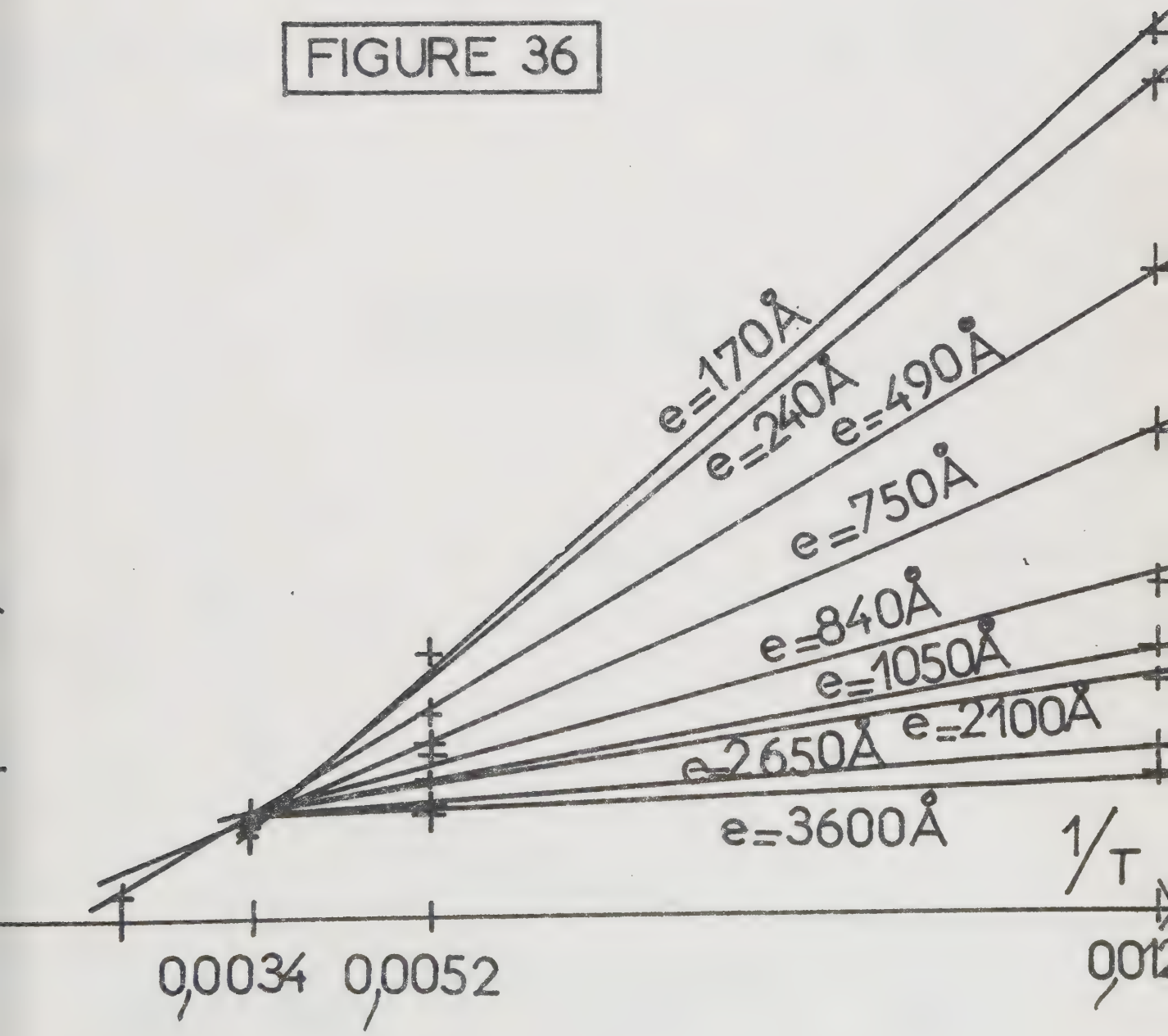
$$\text{Log}\sigma - \text{Log } T = -\frac{\chi}{k\,T} + \alpha$$

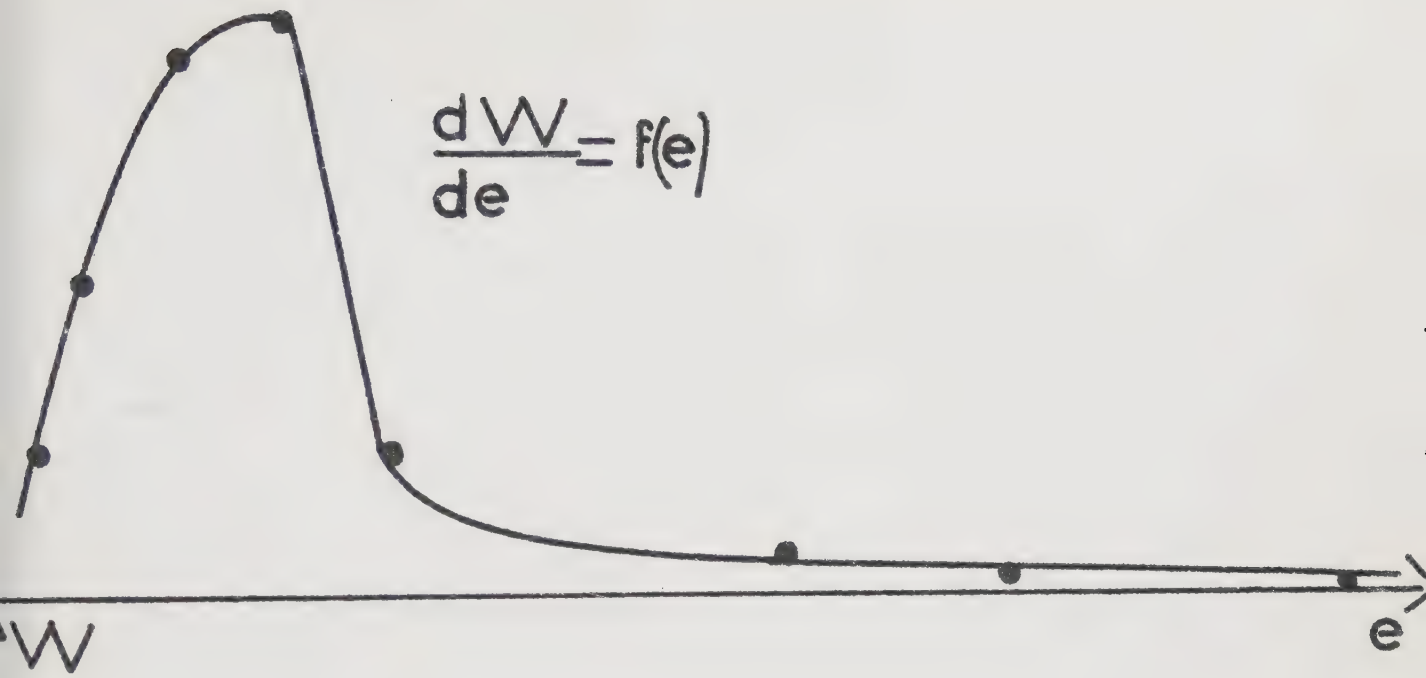
La figure 36 montre que la variation du premier membre avec $\frac{1}{T}$ est linéaire, la pente variant avec l'épaisseur. Malheureusement cette pente est positive, ce qui conduit à un travail de sortie négatif, résultat qui est évidemment contraire à la logique. La figure 37 donne la variation de cette pente avec l'épaisseur (dimensions d'une énergie = W), et la dérivée de cette grandeur passe par un maximum pour une épaisseur de l'ordre de 850 Å. L'analogie entre la variation des coefficients k et $\frac{dW}{de}$ avec l'épaisseur s'arrête là en raison du résultat invraisemblable obtenu pour le travail de sortie.

Si l'on se refère aux différentes explications du mécanisme de la conduction dans les couches minces (32) (33) l'effet thermoïonique et l'effet tunnel jouent un rôle important dans ce phénomène. Il semble qu'aux très faibles épaisseurs inférieures à 100 Å, c'est à dire dans la partie des grandes valeurs de la résistivité (figure 34) ce soit le premier effet qui soit prépondérant, les grains étant très espacés du fait de leur faible de densité (faibles épaisseurs)Dans la région d'épaisseur comprise entre 100 Å et 350 Å environ (figure 34) où la résistivité ne varie presque pas avec la température, c'est le second effet qui devient prépondérant. La conduction se fait alors par effet tunnel entre grains dont l'espacement est beaucoup plus faible que dans la première région. Ce modèle expliquerait la faible variation de ρ avec la température dans cette gamme d'épaisseurs. Les travaux de NIFONTOFF (33) ont conduit à de telles conclusions. Pours les épaisseurs supérieures à 1 100 Å la résistivité ne varie plus avec l'épaisseur, à température constante On retrouve bien le coefficient négatif de température, signalé par de nombreux auteurs, analogue à celui des semi-conducteurs. La région intermédiaire entre 350 Å et 1 000 Å est plus difficile à interpréter. Une remarque s'impose cependant : la distance inter-grains, joue un rôle important dans la conductivité. Cette distance est fonction de l'épaisseur et l'explication du maximum des coefficients k et k' est peut-être dans la variation de ce paramètre lors de l'application de la contrainte à la lame.

Logσ – Log T

FIGURE 36





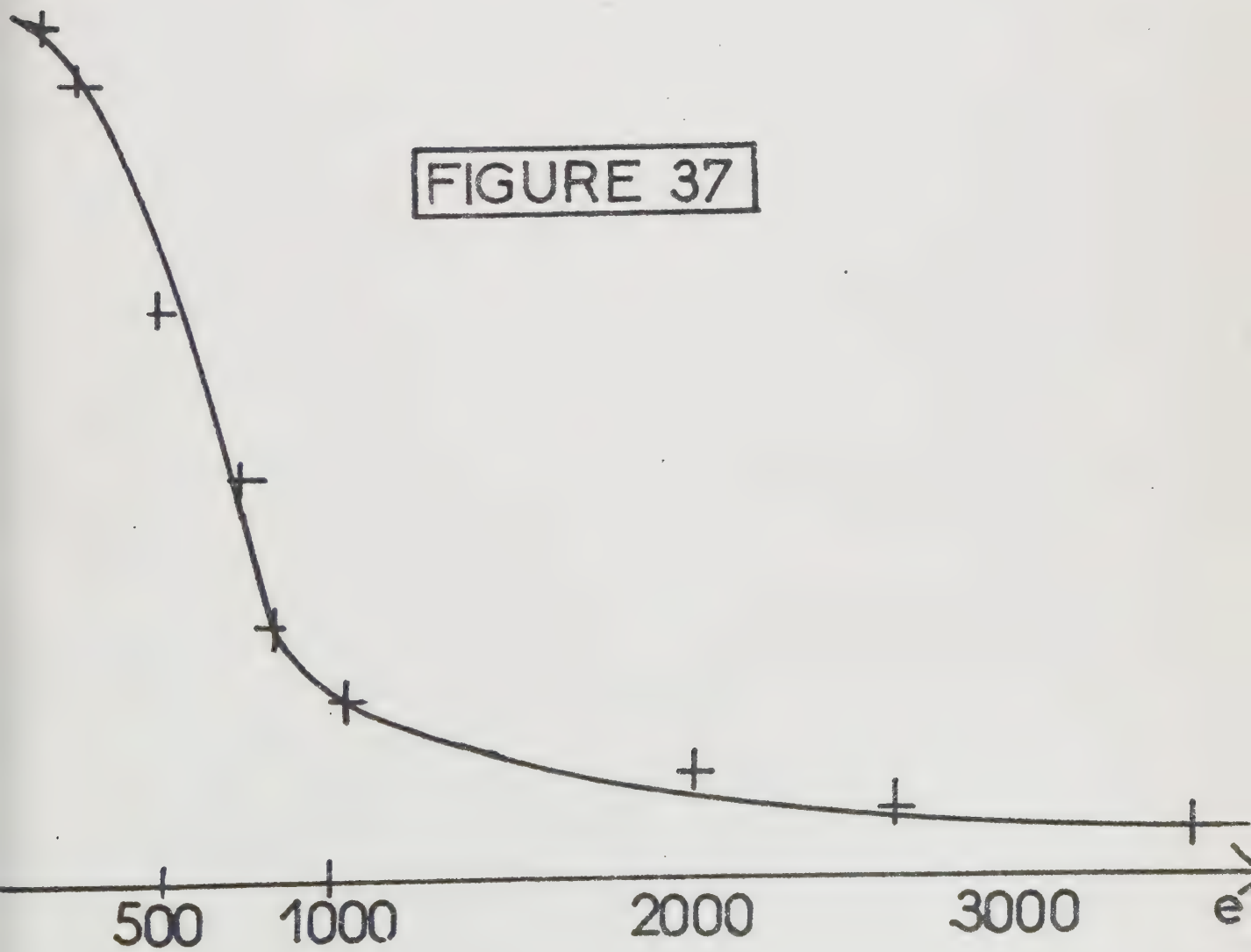


FIGURE 37

Une seconde interprétation à envisager est celle donnée par la variation de l'épaisseuroù se produit le maximum des coefficients avec la température. Cette épaisseur augmente lorsque la température décroît. Il en est de même de la variation du libre parcours moyen. Si l'on fait le calcul à partir du nombre d'électrons dans le bismuth massif, du libre parcours moyen, en supposant que la conduction est surtout due au déplacement des charges négatives et en prenant la valeur de la conductivité de la couche à la température ambiante, on obtient l équivalent à 840 Å. Ce calcul n'est valable que si le nombre de porteurs dans la couche est du même ordre que celui dans le métal massif. De même, le calcul effectué par CRITTENDEN et OFFTANN (26), du libre parcours moyen dans les couches de nickel a donné l = 440 Å . L'épaisseur où se produit le maximum dans ces couches est comprises entre 400 et 450 Å. Le maximum se produirait donc à une épaisseur de l'ordre de grandeur de l. Si on admet que c'est la limitation du libre parcours moyen qui limite la conductivité, pour les couches très minces, c'est l'épaisseur qui détermine l. Une petite variation de ce paramètre, due à la contrainte provoque alors une nouvelle diminution de l, c'est à dire une augmentation de résistance. Pour les couches plus épaisses, l'épaisseur ne limitant plus le libre parcours moyen on se retrouve dans le cas du métal massif et l'on se rapproche alors des valeurs observées communément dans les fils. Dans le métal massif le nombre de porteurs et le libre parcours moyen varient avec la température. Nous ne pouvons nous baser sur les valeurs du nombre de porteurs dans le bismuth massif à 80°K pour calculer l, car d'après les variations de la conductivité avec la température, il semble que ce nombre d'électrons ne varie pas de la même façon dans le bismuth en couches minces.

Un calcul commencé par MM. THUREAU et LEMIERE (7) (9) nous permet de prévoir la variation des coefficients k et k' avec l'épaisseur pour les films épais, c'est à dire dans le cas où $\frac{e}{l} \gg 1$.

Ce calcul est basé sur l'introduction d'un coefficient qui, pour les grandes épaisseurs (on se rapproche du massif), est vraisemblablement constant: c'est le coefficient de POISSON de la couche.

Soit σ ce coefficient

et σ' coefficient de POISSON du support.

L est la longueur de la couche

λ sa largeur

e son épaisseur

Prenons pour la conductivité : $\Sigma = \frac{1}{\rho}$

Nous avons :

$$R = \frac{1}{\Sigma} \frac{L}{\lambda e}$$

$$\frac{dR}{R} = - \frac{d\Sigma}{\Sigma} + \frac{dL}{L} - \frac{d\lambda}{\lambda} - \frac{de}{e}$$

D'autre part ,

$$\frac{d\lambda}{\lambda} = -\sigma' \frac{dL}{L} \quad \text{et} \quad \frac{de}{e} = -\sigma \left(\frac{d\lambda}{\lambda} + \frac{dL}{L} \right)$$

Soit

$$\frac{de}{e} = - \sigma (1 - \sigma') \frac{dL}{L}$$

D'où

$$\frac{dR}{R} = - \frac{d\Sigma}{\Sigma} + \frac{dL}{L} \left[1 + \sigma' + \sigma (1 - \sigma') \right]$$

$$k = - \frac{d\Sigma / \Sigma}{dL/L} + \left[1 + \sigma' + \sigma (1 - \sigma') \right]$$

Les formules obtenues pour Σ dans le cas où $e/l >> 1$ permettent de prévoir une variation des coefficients extensométriques en :

$$\alpha + \frac{B}{e^2}$$ avec l'épaisseur.

Pour les faibles épaisseurs cette interprétation n'est pas possible, car on ne peut introduire un coefficient de POISSON pour la couche lorsqu'elle est très mince.

III.3. CONCLUSION

A part la variation de l'épaisseur du maximum avec la température, le phénomène qui apparaît pour certaines couches (toujours orientées), ne peut être expliqué d'une manière précise est simple. D'autres travaux sont en cours au laboratoire pour essayer de trouver l'interprétation.

De nombreuses et intéressantes applications à cet effet peuvent être réalisées. La faible inertie des couches, leur adhérence aux supports, leur masse négligeable, ont permis la réalisation d'un type de microcapteur de précision (12) et de différents prototypes (6) et (14) (tête de pick-up, microphone et microbalance) qui utilisent ces phénomènes de flexion d'une couche mince.

BIBLIOGRAPHIE.

(1) G. SIDDALL and G. SMITH.
A thin film resistor for mesuring strain . Edward High Vacuum Ltd.

(2) W.L. HOWLAND
Electrical .train gauge and Methods for making same. Glendale Californie
Brevet americain. 9 Déc. 1952.

(3) W.R. CAMPBELL
Preliminary investigation ot the strain sensivity of conducting film.
National Bureau of Standarts. Washington . 15 février 1954.

(4) A. KRINSKY et R.L. PARKER.
Bull. Amer. Phys. Soc., 1959, p. 214-215.

(5) A. COLOMBANI, B. LANIEPCE et P. HUET
Variation de résistance d'une couche métallique mince déposée sur un support déformable
C.R. A. S., t. 250, p. 3946, 13 Juin 1960.

(6) B. LANIEPCE
Etude de la variation de résistance d'une couche métallique mince sous l'effet d'une contrainte.
D.E.S. Caen , 7 Octobre 1960.

(7) P. THUREAU, B. LEMIERE A. COLOMBANI
Sur certains transversaux de l'extensométrie des résistances pelliculaires.
C.R.A.S. t. 251, p. 1 618, 17 Octobre 1960.

(8) B. LANIEPCE, A. COLOMBANI, P. THUREAU.
Variation de résistance électrique d'une couche mince déposée sur un support déformable.
C.R.A.S. t. 252, p. 1 919, 27 Mars 1961

(9) P. THUREAU
Extensométrie de certaines couches minces. Variation de la conductibilité électrique avec les contraintes.
Colloque sur les propriétés électriques et magnétiques des couches métalliques minces. Louvain, 4 - 7 Septembre 1961.

(10) A. COLOMBANI, B. LANIEPCE, G. GOUREAUX.
Variation de la conductance électrique des couches minces de nickel soumises à des contraintes.
C.R.A.S. t 254, p. 480 , 15 Janvier 1962.

(11) G. GOUREAUX, B. LANIEPCE, R. CADORET.
Influence de la texture des couches minces de nickel sur leurs propriétés extensométriques.
C.R.A.S. t. 254, p. 3 195, 30 Avril 1962.

(12) B. LEMIERE.
Recherches sur la sensibilité extensométrique transversale de résistances pelliculaires. Application à un microcapteur de pression à court temps de réponse.
Thèse ingénieur-Docteur, Caen, 25 Octobre 1962.

(13) P. THUREAU, B. LEMIERE.
Sur un capteur de faible pression à court temps de réponse.
C.R.A.S. t. 254, p. 629, 22 Janvier 1962.

(14) P. HUET.
Les propriétés électriques et magnétogalvaniques des couches minces de bismuth et leurs applications.
Thèse Doctorat ès-Sciences, Caen, 20 Décembre 1960.

(15) C.S. BARRET
Structure des métaux.
Dunod 1957.

(16) A. COLOMBANI, P. HUET
Electromagnetic properties of thin films of bismuth.
Colloque international sur les couches minces. Bolton Landing Septembre 1959.

(17) G. GOUREAUX
Propriétés électriques et magnétogalvaniques des couches minces de nickel
Thèse Doctorat ès-Sciences, Caen, 3 Octobre 1960.

(18) G. RANC
La technique des couches minces et son application à la microscopie électronique.
Thèse Ingénieur Docteur, Caen, Septembre 1957.

(19) R.A. SMITH
Semi-conductors
Cambridge at the University Press , 961.

(20) L. HOLLAND.
Vacuum deposition of thin films.
Chapman and Hall Ltd. London, 1958.

(21) K FUCHS.
The conductivity of thin metallic films according to the electron theory of metals.
Proc. Cambridge Phil. Soc., 34, 100 (1938)

(22) E.H. SONDHEIMER.
The mean free path of electrons in metals.
Advances in Physics, Vol.1, n° 1, Janvier 1952.

(23) A.C.B. LOVELL.
The electrical conductivity of thin metallic films
Proceedings of the Royal Society, A, n° 157, p. 311, Mai 1936.

(24) P. CROCE, M. GANDAIS.
Etude des couches minces de quelques métaux par rayons X
J. de Physique et Le Radium, t. 21 n° 4, p. 465, Avril 1960.

(25) W.S. BOYLE, G.E. SMITH.
Bismuth. Progress in semi-conductors. Vol 7.
Bell Telephone Laboratories.

(26) MOTT & JONES
The theory of the properties of metals and alloys.
Clarendon Press, Oxford , 1936.

(27) CRITTENDEN et HOFFMAN
Effet de la zone stratifiée de BRILLOUIN sur les propriétés électriques des films minces.
Colloque sur les propriétés électriques et magnétiques des couches métalliques minces. Alger 25- 30 Avril 1955.

(28) A.M. FRIEDMAN and S.M. DKOENIG.
Size effects for conduction in thin bismuth crystals.
I.B.M. J. Research Develops 4, 158 , 1960.

(29) K.A. RAMAZANOV
Electrical properties of alloys of bismuth-antimony systèms in thin films.
Soviet Physics, Vol. 3 n° 8, p. 1640, Février 1962.

(30) C.A. NEUGEBAUER, M.B. WEBB.
The mechanism of electrical conduction in ultrathin evaporated metal films (General electric Research Laboratory.)
Colloque sur les propriétés électriques et magnétiques des couches minces Louvain 1961.

(31) Mme G. DARMOIS.
Nature de la conductibilité électrique dans les couches métalliques très minces.
Colloque qur les propriétés électriques et magnétiques des couches métalliques minces , Alger 25 - 30 Avril 1955.

(32) N. MOSTOVETCH
Etude expérimentale de la conductibilité électrique des dépôts métalliques très minces obtenus par évaporation thermique.
Thèse Doctorat ès-Sciences, Paris 3 Mars 1951.

(33) N. NIFONTOFF
Contribution à l'étude expérimentale et théorique de la conductibilité et de l'effet de scintillation de couches minces et de détecteurs à cristaux.
Thèse Doctorat ès-Sciences, Alger 23 Avril 1955

Vu
Le Président de la Thèse

Vu
Le Doyen ,

Vu et permis d'imprimer
CAEN, le .....
Le Recteur, Président du Conseil de l'Université.